

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní
Katedra materiálu

Vedoucí práce: Dr.Ing.Daniel Šída

ROZŠÍŘENÍ SLINOVACÍHO INTERVALU A SNÍŽENÍ VYPALOVACÍ TEPLoty KORDIERITOVÉ HMOTY C 520

THE EXPANDING OF SINTERING INTERVAL AND DECREASING OF
FIRING TEMPERATURE OF CORDIERIT C 520

KMT - 247

Bc. Zuzana ANDRŠOVÁ

Obor: Strojírenská technologie

Zaměření: Materiálové inženýrství

Rozsah práce :	- počet stran:	63
	- počet obrázků:	22
	- počet tabulek:	18
	- počet příloh:	7

Datum: 5.6.2009



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta strojní

Katedra materiálu
2008/2009

Studijní rok:

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Jméno a příjmení	Bc. Zuzana Andršová
Studijní program	2341 B Strojírenství
Obor	Materiály a technologie
Zaměření	Materiálové inženýrství

Ve smyslu zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách se Vám určuje diplomová práce na téma:

Rozšíření slinovacího intervalu a snížení vypalovací teploty kordieritové hmoty C 520

Zásady pro vypracování:

(uveďte hlavní cíle diplomové práce a doporučené metody pro vypracování)

1. Kordieritové hmoty $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$
2. Zjištění slinovacích intervalů materiálu C 520 a teploty začátků puchnutí hmoty
3. Rozšíření slinovacího intervalu
4. Vliv sodných, draselných a sodno-draselných živců za účelem rozšíření slinovacího intervalu a snížení nasákavosti konečného produktu
5. Mechanické vlastnosti kordieritové hmoty s rozšířeným slinovacím intervalem.

Forma zpracování diplomové práce:

- průvodní zpráva v rozsahu 35 - 50 stran

- přílohy

Seznam literatury (uveďte doporučenou odbornou literaturu):

[1] ČSN EN 60 672-2

[2] Hlaváč, Jan.: Základy technologie silikátů, SNTL, Praha, 1988

[3] Staroň, Josef, Tomšů František : Žiaruvzdorne materiály: Výroba, vlastnosti a použití, Alfa Bratislava, 1993,

Vedoucí diplomové práce: Dr.Ing.Daniel Šída

Konzultant diplomové práce : Ing. Petr Křížánek PhD, SGAC-Turnov

L.S.

doc. RNDr. Petr ŠPATENKA, CSc.
vedoucí katedry

doc. Ing. Petr LOUDA, CSc.
děkan

V Liberci dne 10.10. 2008

Platnost zadání diplomové práce je 15 měsíců od výše uvedeného data. Termíny odevzdání diplomové práce jsou určeny pro každý studijní rok a jsou uvedeny v harmonogramu výuky.

Anotace

Téma: Rozšíření slinovacího intervalu a snížení vypalovací teploty kordieritové hmoty C 520

Abstrakt: Tato práce se zaměřuje na optimalizaci vlastností a způsobu výroby kordieritu C 520 s ohledem na předpokládané využití.

Teoretická část obsahuje přehled o druzích, zpracování a použití keramických materiálů, se zaměřením na žáruvzdorné keramické materiály.

Experimentální část obsahuje popis měření, vyhodnocení údajů získaných měřením a návrhy na využití získaných poznatků.

Klíčová slova: Keramické materiály - žáruvzdorná keramika – elektrokeramika – vlastnosti a zpracování – kordierit C 520 – vypalovací teplota – slinovací interval.

Annotation

Theme: The expanding of sintering interval and decreasing of firing temperature of cordierite C 520

Abstract: This work is focusing principally on optimizing of features and ways of manufacturing of cordierite C 520 with regard to its usage.

The theoretical part includes a summary of manufacturing sorts and usage of ceramics, with a view to ceramic refractory.

The experimental part includes a description of the measuring, an evaluation of the measured values and a suggestion of usage of knowledge gained.

Key words: Ceramics – ceramic refractory – electroceramics – features and manufacturing – cordierit C 520 – firing temperature – sintering interval.

Poděkování

Děkuji Ing. Petru Křížánkovi PhD., Dr.Ing. Danielu Šídovi a firmě SGAC Turnov za vstřícný přístup, odborné vedení a ochotné poskytnutí prostředků potřebných k realizaci této práce.

Dále děkuji rodičům za péči a podporu během doby mého studia.

.....

Zuzana Andršová

Prohlášení

Byla jsem seznámena s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č.121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci, nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo požadovat ode mne úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

5. června 2009

Podpis:

Zuzana Andršová

Obsah

1. Seznam použitých zkratk	str.7
2. Úvod	str.8
3. Teoretická část	str.9
3.1 Keramické konstrukční materiály	...str.9
3.2 Žáruvzdorná keramika	str.12
3.3 Žáruvzdorné materiály v systému $MgO-Al_2O_3-SiO_2$	str.20
3.4 Živce	.str.34
3.5 Teorie zkoušek použitých při experimentu	.str.37
4. Experimentální část	str.43
4.1 Použité suroviny a jejich vlastnosti	.str.43
4.2 Použité směsi a jejich značení, příprava směsí	.str.45
4.3 Použité vzorky a jejich značení, příprava vzorků	.str.49
4.4 Zkoušky a měření	.str.51
4.5 Diskuse výsledků	.str.59

5. Použitá literaturastr.62
-----------------------------	---------

6. Seznam přílohstr.63
------------------------	---------

Přílohy

1. Seznam použitých zkratek

$\alpha[K^{-1}]$	<i>koeficient délkové teplotní roztažnosti</i>
$D[mm]$	<i>velikost (průměr) zrna</i>
$OH[g \cdot cm^{-3}]$	<i>objemová hmotnost</i>
$NV[\%]$	<i>nasákavost</i>
$PZ[\%]$	<i>zdánlivá pórovitost</i>
$F[N]$	<i>síla</i>
$\sigma[MPa]$	<i>napětí</i>
$m[g]$	<i>hmotnost</i>
$P[\%]$	<i>pórovitost</i>
$p[MPa]$	<i>tlak</i>
$\rho[g \cdot cm^{-3}]$	<i>měrná hmotnost</i>
$R_{pd} [MPa]$	<i>napětí na mezi pevnosti v tlaku</i>
$S[m^2]$	<i>plocha</i>
$s[\%]$	<i>smrštění</i>
$\tau[s]$	<i>čas</i>
$V[m^3]$	<i>objem</i>

$Z^v Z[\%]$

ztráta žíháním

$Z^v[-]$

žáruvzdornost

2. Úvod

Práce je zaměřena na keramické izolační materiály z kordieritové hmoty. Tyto hmoty se díky svým elektroizolačním vlastnostem s úspěchem používají při výrobě komponent v elektroprůmyslu a zároveň se díky dobré odolnosti proti teplotním šokům a relativně dobré žáropevnosti a cenové přijatelnosti využívají v tepelném průmyslu a metalurgii.

V současné době, kdy rostou požadavky na energetickou úspornost a environmentální aspekty výroby, je jednou z cest výroby keramických materiálů hledání úspor během výpalu a slinování keramiky. (Během těchto teplotních procesů získává keramika své konečné mechanické vlastnosti.) Snížení teploty výpalu v některých případech znamená až několikaprocentní úsporu energie nutné pro výpal keramiky. Tedy jinak řečeno, je potřeba za co nejnížší náklady výroby snížit energetické náklady na výpal materiálu, a při nejnížší teplotě výpalu dosáhnout co nejvyšší stupeň přeměny základní suroviny za vzniku potřebných fází o požadovaných mechanických vlastnostech.

Rozšíření slinovacího intervalu kordieritové hmoty, kdy dojde ke vzniku keramického střeptu o požadovaném fázovém složení a konečných rozměrech s požadovanými mechanickými vlastnostmi, lze dosáhnout přidáním živců. Z tohoto důvodu je práce zaměřena na studium vlivu přídavku živců na slinovací interval, na průběh slinování (dilatometrie) a na konečné mechanické vlastnosti. Tyto přídavky by se daly bez složitých technologických a tepelných úprav použít přímo pro přípravu kordieritové hmoty o požadovaných finálních parametrech.

3. Teoretická část

3.1 Keramické konstrukční materiály

Keramické materiály jsou **anorganické nekovové materiály** s heterogenní strukturou, tvořenou krystalickými látkami o **různém uspořádání**, které mohou být protknyty sklenou fází a také obvykle určitým množstvím pórů. **Chemické složení** keramických materiálů se mění v širokém rozmezí, od jednoduchých sloučenin až ke směsím komplexních fází. Jsou vázány především **iontovými nebo iontově-kovalentními** vazbami.

Rozdělení keramiky je možné podle **podle různých hledisek**:

- podle chemického a fázového **složení**
- podle **obsahu pórů** (hutná, slinutá, pórovitá keramika)
- podle **struktury** (hrubá a jemná keramika – k jemné keramice patří např. porcelán a technická keramika, zatímco ke keramice hrubé především cihlářské výrobky a žáruvzdorné materiály)
- podle **účelu** je obvyklé dělení na keramiku stavební, technickou, užitkovou, zdravotnickou, elektroinstalační, konstrukční, tepelně izolační atd.

Výroba keramiky je založena převážně na **vytvarování a tepelném zpracování práškových směsí**, které se vlivem žáru při výpalu zpevní a zhutní. Vzniká tak umělý produkt, jehož fázové složení a se může díky vysokoteplotním reakcím zcela lišit od výchozí směsi. Krystalickými fázemi keramiky jsou často minerály známé v přírodě, jež se vyznačují pevností, chemickou odolností a stálostí za vysokých teplot. V případě novodobých typů technické keramiky jde často o umělé krystalické produkty se specifickými vlastnostmi (elektrické, magnetické apod.). Zde vystupuje do popředí řízená vysokoteplotní syntéza. [2], [4]

Vlastnosti keramických materiálů jsou zcela typické. Z těch, jež považujeme za výhodné a snažíme se je využít, je třeba jmenovat především **odolnost vůči teplotním šokům, chemickým látkám, povětrnosti**, často značná mechanická **pevnost, tepelně-izolační vlastnosti, elektroizolační vlastnosti** (odolnost proti elektrickému průrazu, elektrickému oblouku, dielektrické vlastnosti...), optické vlastnosti aj. K nevýhodným a tudíž limitujícím vlastnostem keramických materiálů pak patří především **křehkost** (nízká plasticita krystalických keramických materiálů je způsobena jejich iontovými a kovalentními vazbami – směrové). Toto vedlo např. ke vzniku kompozitů.

Vlastnosti keramického výrobku jsou funkcí surovinového i chemického složení a pochodů při jednotlivých technologických operacích – **výrobek získává konečné vlastnosti až při výpalu**. [2], [4]

Keramické suroviny je možné rozdělovat podle různých hledisek. **Podle původu** se keramické suroviny rozdělují na **přírodní, syntetické a druhotné**. **Podle funkce**, kterou plní v keramické směsi, lze jednotlivé suroviny rozdělit na **plastické a neplastické, a pomocné suroviny**.

Přírodní suroviny většinou není třeba upravovat nebo jsou upravovány velmi jednoduchým způsobem (např. mletím, sušením a homogenizací). Keramické přírodní suroviny tvoří především **zeminy a horniny**. Zeminy jsou základem plastických surovin a horniny se využívají jako taviva nebo ostřiva, či plniva.

a) plastické suroviny – skupina přírodních keramických surovin, především kaolínů a jílů, jejichž charakteristickou vlastností je, že s přidavkem vody tvoří plastické těsto (možno tvarovat bez porušení celistvosti), které při procesu sušení zvyšuje mechanickou pevnost a díky tomu se dá s keramickými tvarovkami snadno manipulovat. Při procesu výpalu pak nabývá keramický výrobek konečných vlastností.

Jednou z *podmínek plastičnosti* jílových surovin jsou: dostatečný obsah jílových minerálů v, vysoká disperznost částic zeminy a schopnost iontové výměny na povrchu částic jílových minerálů. Tyto vlastnosti umožňují vázání vody na povrchu částic plastické suroviny a mohou také ovlivňovat povrchové vlastnosti částic jílových minerálů.

Plastické suroviny jsou součástí tzv. *jemnozemí*, tj. splodin z přírodního rozpadu hornin o velikosti částic *menší než 2 mm*. Podle granulometrického složení je jemnozem rozdělena na tři frakce: jílovinu s velikostí částic pod 0,002 mm, prachovinu s rozměry 0,002-0,05 mm a pískovinu s rozměry 0,05-2 mm. Podle hmotnostního obsahu frakcí se pak jemnozemě dělí na jíly, hlíny, prach a písek.

K *typickým plastickým surovinám* pro keramiku patří jílové plastické suroviny. Nejvýznamnějším jílovým minerálem z hlediska keramické technologie je pak *kaolinit*. Používanými surovinami jsou *illity a montmorillonity*.

b) neplastické suroviny nejvýrazněji ovlivňují vlastnosti keramických výrobků v závislosti na svém obsahu, granulometrickém složení, tvaru částic, vlastnostech materiálu, na způsobu zpracování směsi i na teplotě prostředí. Neplastické suroviny v keramických směsích lze rozdělit na tzv. *ostřiva a taviva*.

Jako ostřiva se používají suroviny odolné proti vysokým teplotám, které ve střepech tvoří jakousi pevnou kostru a napomáhají zabránit deformacím v žáru. Zároveň se jimi upravuje plastičnost a zmenšuje se smrštění při sušení. Typickými ostřivy jsou *křemen, korund, šamot* a další.

Taviva se z hlediska tvarování a sušení chovají podobně jako ostřiva, ale jejich hlavní funkcí je vytvoření potřebného množství taveniny při výpalu. Tím se umožní nebo urychlí slinování. Typickým zástupcem taviv jsou *alkalické živce*.

Syntetické suroviny jsou produkovány v masovém měřítku v chemickém průmyslu. Používají se ve stále větším rozsahu vedle surovin přírodních. K výchozím látkám patří především **některé oxidy kovů**, jako oxid hlinitý, titaničitý, zirkoničitý, yttritý, hořečnatý, berylnatý, ceričitý a další. Všechny tyto oxidy se vyznačují zejména vysokým bodem tání a dalšími významnými vlastnostmi.

Druhotné suroviny jsou takové, které v některých průmyslových odvětvích odpadají a v určitých keramických výrobcích je možné je s výhodou zpracovávat. Jsou to např. různé strusky, popílky, kaly apod.

Pomocné suroviny, např. tzv. **plastifikátory** jsou látky, jejichž funkcí ve směsi je *zvýšení plasticity* pracovní hmoty, což vede k její snadnější zpracovatelnosti např. lisováním či pěchováním.

Jako plastifikátory se používají *některé jíly* nebo *vhodné organické látky*, např. uhlovodíkové sloučeniny, sulfitový louh, parafin, vosky, metylceluloza, PVA apod. Mnoho novějších keramických materiálů tak není vázáno na použití jílových surovin jako nositele plasticity. (Místo obojího lze také požit jiné tvarovací postupy.)

[2], [7], [8]

Přehled o jednotlivých druzích keramik, jejich výrobě a použití je příliš obsáhlý a není náplní této práce. Podrobněji budou proto zmíněny jen ty keramické hmoty, kterými se zabývá experiment. Také z keramických surovin budou podrobněji popsány především ty, na něž je práce zaměřena.

3.2 Žáruvzdorná keramika

3.2.1 Klasifikace žáruvzdorné keramiky

Žáruvzdorné materiály jsou definovány jako materiály, jejichž **žáruvzdornost je rovna nebo vyšší** než žároměrka 150, což představuje ekvivalentní teplotu **1500°C**. Jsou to nekovové materiály nebo výrobky, jejichž chemické a fyzikální vlastnosti umožňují jejich použití při vysokých teplotách.

Předpokladem splnění požadavku žáruvzdornosti je **vysoký bod tání a termodynamická stálost při vysokých teplotách**. Tato kritéria splňuje množství prvků, v průmyslové výrobě žáruvzdorných keramik se však používají především oxidy Al_2O_3 , CaO , MgO , SiO_2 , Cr_2O_3 , ZrO_2 , sloučeniny mezi nimi (**oxidická žáruvzdorná keramika**) a sloučeniny na bázi karbidu křemíku či nitridu křemíku (**neoxidická žáruvzdorná keramika**), případně kombinace oxidických složek s uhlíkem či kovalentními sloučeninami.

Pozn.: Žáruvzdorné materiály s žáruvzdorností 1500-1800 °C, resp. nad 1800 °C, se označují jako vysokožáruvzdorné.

[3], [7], [8]

3.2.2 Vlastnosti žáruvzdorné keramiky

Určováním vlastností materiálu sledujeme obvykle **dva cíle : kontrola výrobního procesu** a jakosti výrobků porovnáváním zjištěných parametrů s nastavenými parametry a **určení optimálních druhů materiálů** pro dané použití.

Platí zásada, že **užitkovou hodnotu** žáruvzdorných výrobků není možné posoudit podle jednoho parametru (např. žáruvzdornost), ale na základě znalosti **celého komplexu vlastností**. Sledují se především vlastnosti, které poskytují základní přehled o jakosti materiálů a rovnoměrnosti výroby, jako jsou kritéria hutnosti, chemické složení, mechanické vlastnosti a některé termomechanické vlastnosti. Nevyhnutelné je však stanovovat i další vlastnosti, jako např. teplotní roztažnost, tepelnou vodivost, modul pružnosti a další tepelné, termomechanické a termochemické vlastnosti.

[3]

Kritéria hutnosti

Hutností rozumíme míru zaplnění prostoru tuhými fázemi. Vyjadřuje se v % objemu tuhých fází nebo jako podíl objemové hmotnosti a hustoty.

Nezaplněné prostory – póry v žáruvzdorném výrobku snižují hmotnost objemové jednotky, zvětšují povrch tuhých fází a tím podstatně ovlivňují mechanické a tepelné vlastnosti a odolnost proti chemickým vlivům. Při hodnocení kritérií hutnosti se měří:

- **množství pórů** je charakterizováno: nasákavostí, zdánlivou a skutečnou pórovitostí, objemovou hmotností, hustotou a zdánlivou hustotou (vše se vypočítá z příslušných vztahů).
- **velikost pórů** má velký význam při zkoumání procesů koroze a odolnosti proti náhlým změnám teplot. K určení se používají metody využívající kapilární depresi rtuti či kapilární elevaci vody.
- **spojitost pórů** doplňuje údaje o pórovitosti při posuzování žáruvzdorných materiálů vystavených např. při použití korozivnímu působení tavenin apod. Zjišťuje se zkouškou propustnosti pro plyny.

[3]

Mechanické vlastnosti

Působením vnějších sil vznikají v tuhých tělesech napětí, která způsobují jejich deformace. Pokud s tělesa jeví jako pružná, je deformace přímo úměrná napětí (Hook.z.). V reálných žáruvzdorných materiálech neplatí přímá úměra působícího napětí a vyvolané pružné deformace. Díky heterogenitě struktury vznikají vedle pružných i nepružné, tj. trvalé deformace, jejichž podíl se obvykle zvyšuje s napětím. Tyto deformace závisí na čase, což znamená, že stanovená veličina se odvíjí od podmínek zkoušky, zejména pak od rychlosti zatěžování.

Stanovuje se :

- **pevnost** – u žáruvzdorné keramiky jsou nejvíce rozšířeny především tlakové a ohybové zkoušky, příp. i tahové či torzní zkoušky; („Žáruvzdorný materiál má mít takovou pevnost, aby odolával bez porušení napětím vznikajícím při jeho výrobě, transportu a použití.“);
- **pružnost** - jako modul pružnosti, který je stanovován statickými a dynamickými zkouškami. Z hlediska použití je žádoucí, aby hodnoty modulu pružnosti žáruvzdorných materiálů byly co nejnižší – je pak menší tendence k praskání vlivem teplotních změn.

[3]

Tepelné vlastnosti

- **žáruvzdornost** – dle ČSN se určuje na základě shody zkušebních a porovnávacích (standardních) žároměrek (tříboké jehlany daných rozměrů, ohřívané v podmínkách předepsaných normou, které se mají vlivem žáru ohnout až na podložku – žároměrná deformace);
- **rozměrové změny při zahřívání** – vratné (určujeme pomocí teplotní roztažnosti) a nevratné (při slinování – fázové přeměny, stanovují se trvalé změny v žáru, posuzujeme podle nich např. tvarovou stálost);
- **tepelná vodivost** – koeficient tepelné vodivosti, potřebný pro výpočty sdílení tepla, se stanovuje celou řadou kalorimetrických metod;
- **měrná tepelná kapacita** – potřebná pro výpočet akumulovaného tepla, určuje se pro jednotlivé fáze materiálu kalorimetrickými metodami;
- **teplotní vodivost** - charakterizuje rychlost šíření teplotního pole tuhými látkami, počítá se z tepelné vodivosti, objemové hmotnosti a měrné tepelné kapacity. [3]

Termomechanické vlastnosti

Žáruvzdorné materiály se většinou používají při tak vysokých teplotách, kdy už se výrazně projeví nevratné, časově závislé deformace. Termomechanické chování žáruvzdorných materiálů je proto třeba hodnotit v závislosti na napětí, deformaci, teplotě a čase.

Zjišťuje se tak tzv. **odolnost proti deformaci v žáru** (zahrnuje více parametrů) při tahu/tlaku, ohybu či krutu. Princip zkoušení je stejný jako u mechanických zkoušek za normálních teplot. Vyhodnocuje se většinou prostřednictvím zjištěné pevnosti materiálů, příp. míry deformace.

Další z běžně sledovaných termomechanických vlastností žáruvzdorné keramiky je **odolnost proti náhlým změnám teplot**. [3]

Chemické a mineralogické vlastnosti

Keramické žáruvzdorné materiály jsou vícesložkové soustavy, jejichž vlastnosti úzce souvisí byť s minimální změnou či odchylkou chemického složení. Jeho rozpoznání je tedy důležité při posuzování jakosti materiálů či výrobků. [3]

Termochemické a termofyzikální vlastnosti

Při používání jsou žáruvzdorné keramické materiály vystaveny **chemickému a fyzikálnímu vlivu okolního prostředí** (viz např. koroze). To může časem ovlivnit či změnit jejich původní vlastnosti. Prozkoumání těchto možných vlivů již při vývoji materiálů je proto důležité pro možnost prevence před těmito vlivy. [3]

3.2.3 Technologie výroby keramiky

Výroba keramických materiálů se skládá z **úpravy surovin** a základních materiálů obvykle **tepelným zpracováním** na poloprodukty, ze kterých se v následujícím postupu **po mechanické přípravě** zhotovují buď **netvarované výrobky nebo směsi** na výrobky, které nabývají své konečné vlastnosti a tvar pomocí pojiv či slinování. Suroviny, které při vysokých teplotách nemění nežádoucím způsobem svůj tvar nebo objem, vstupují do výroby tvarových a netvarových materiálů tepelně nezpracované, nepálené. Používají se i směsi více základních materiálů a surovin zpětně tavených a vláknitých. [3]

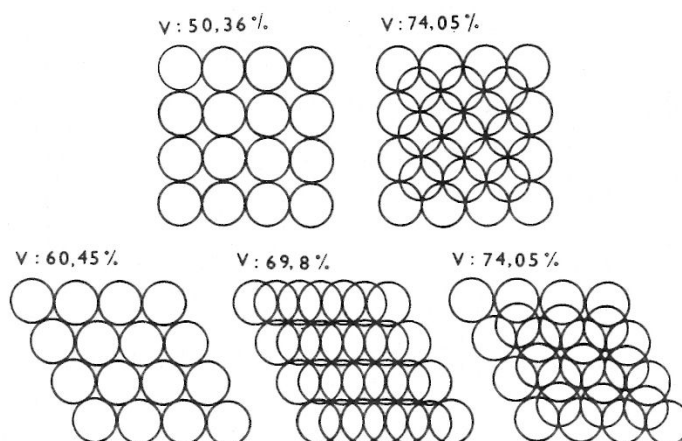
V následujícím textu budou stručně popsány zásady skladby tvarovacích směsí, nejtypičtější způsoby jejich zhutňování pro keramické materiály a podstata slinování. Netypické způsoby výroby (tažení, lití, vstřikování) pak přísluší jednotlivým druhům materiálů, o nichž se zmiňuje stať 3.2.5.

Zrnitost tvarovacích směsí

Prvořadým záměrem při skládání zrnitostních tříd do tvarovacích směsí je docílit těsné uspořádání částic a vysoký stupeň vyplnění prostoru. Tato zásada platí všeobecně s výjimkou tepelně-izolačních a účelně průdušných materiálů.

Podle známých modelů je možno do ohraničeného prostoru umístit různý počet stejných koulí (viz obr.1), nejvyšší stupeň výplně 74,05% se docílí hexagonálním uspořádáním, použitím 3 různých velikostí koulí se však dá docílit vyplnění až 88 %.

V průmyslové praxi jsou ovšem základem drti s nepravidelným a nedefinovatelným tvarem částic. Stupeň zaplnění je tak nižší, než při hexagonálním uspořádání stejně velkých koulí. Těsnost uspořádání lze názorně sledovat na hutnosti výrobků. Nejčastěji se pak používají právě trojsložkové tvarovací směsi (s trojí zrnitostí) – tak lze dosáhnout co nejvyššího vyplnění prostoru. [3], [7]



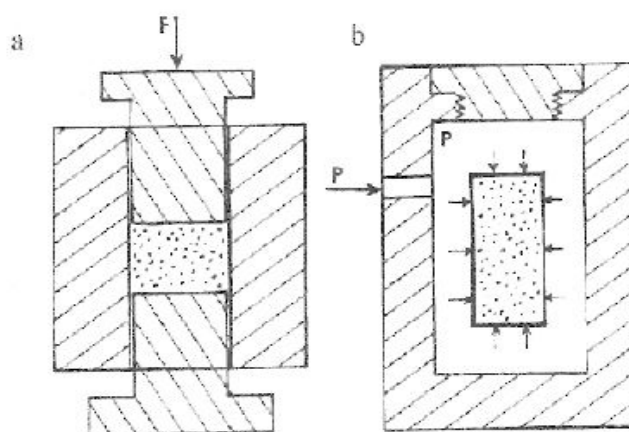
Obr.1. Stupeň zaplnění prostoru (V) různým uspořádáním stejných koulí [3]

Tvarování lisováním

Lisování je nejčastěji používaným způsobem tvarování keramických materiálů. Definuje se jako **zhutňování tvarovacích směsí ve formách působením tlaku**. Účinkem lisovací síly na tvarovanou sypkou směs se částice přemáhající tření přemísťují směrem k vyššímu stupni vyplnění prostoru a k zmenšení objemu. Jakmile tento děj již nemůže pokračovat, částečně se tříští a znovu uspořádávají. (Rozsah tříštění závisí na počáteční zrnitosti).

Obvykle se ve výrobě keramických materiálů používají dva způsoby lisování **uniaxiální** – většinou dvousměrné pro lepší zhutnění a **izostatické** – s využitím všestranného tlaku (viz obr.2), případně **žárové lisování**, což je vlastně slinování ve formě za trvalého působení tlaku.

[3], [7]



Obr. 2. Tvarování lisováním
a) uniaxiálně, b) izostaticky [3]

Slinování

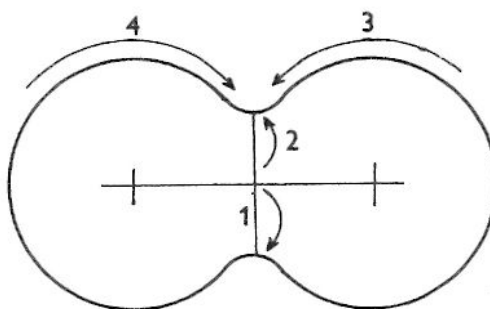
Slinování je podstatou keramického výpalu, kterým nabude výrobek konečnou podobu a vlastnosti. Definuje se jako **děj** probíhající **v tělesech** nebo útvarech, skládajících se **z vícero drobných navzájem se dotýkajících částic, při zvýšených teplotách**, avšak **pod teplotou tání**, přičemž vzniká koherentní hmota. Při **slinování** se tedy částice spojují do kompaktního pevného celku především difuzí v tuhém stavu (i když současně působí i další, méně významné mechanismy). Působením difuzních sil dochází k přenosu hmoty z obvodu částic do místa nejvyššího zakřivení – vznik tzv. **difuzních můstků**. Děj je nevratný. Je spojen s poklesem energie systému v důsledku zmenšení vnitřního povrchu a náhrady energie na rozhraní tuhé a plynné fáze energií na rozhraní tuhých fází. **Hnací silou** slinovacího procesu je tedy **snížování povrchové energie systému**. Velká povrchová energie spojená s původními individuálními malými částicemi klesá v důsledku zmenšení povrchu slinutého produktu. Jak proces slinování pokračuje, **keramický díl se smršťuje** a jeho **pórovitost klesá**.

Současně se smršťováním probíhá v keramickém dílu další proces, a to je **růst zrn**. Velké částice v keramickém dílu rostou na úkor malých. Nakonec se ustaví určitá rovnováha velikosti zrn, která rozhoduje o mechanických vlastnostech keramického dílu.

Z energetického hlediska je výpal **nejnáročnější operací** ve výrobě, energie vynaložená na výpal představuje **až 50%** celkově spotřebované energie.

V současnosti se používají pro výpal téměř výhradně pece pracující kontinuálně, zejména **pece tunelové**. V minulosti bylo známo také používání periodických pecí, např. kruhových či komorových.

[3], [7]



Obr. 3. Mechanismy slinování; 1-hranicemi zrn, 2-objemovou difuzí, 3-povrchovou difuzí, 4-vypařováním a kondenzací [3]

3.2.4 Použití žáruvzdorné keramiky

Příklady aplikací nejčastěji používaných žáruvzdorných materiálů:

Šamotové výrobky slouží k vyzdívám topenišť, keramických a sklářských pecí.

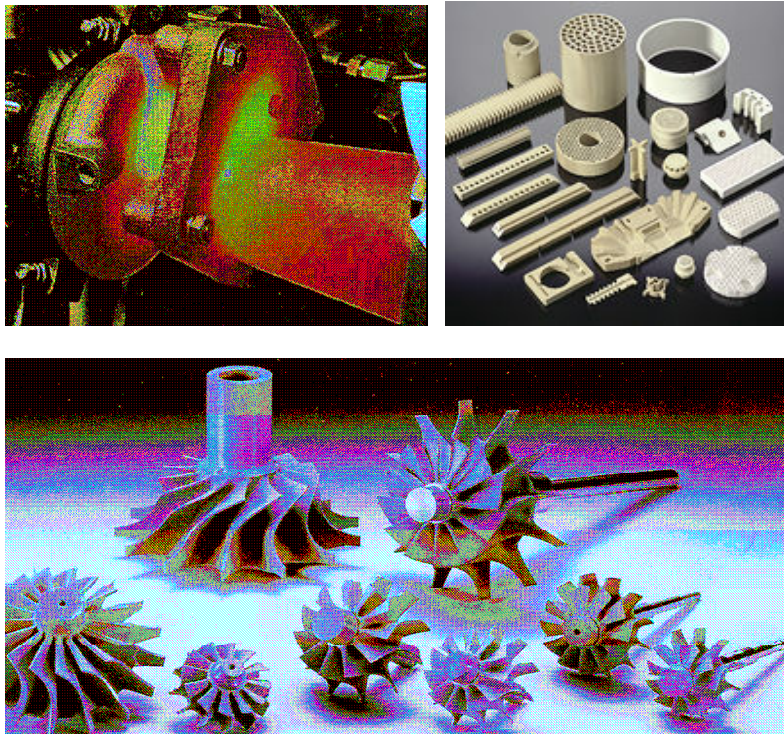
Dinasové výrobky představují typické kyselé vyzdívky, které obsahují až 90 % drceného křemene (SiO_2) spojeného keramickou vazbou nebo chemicky.

Magnezitové zboží má název odvozen ze základní suroviny magnezit (MgCO_3). Patří k zásaditým vyzdívám pro ocelářské a cementářské pece.

Korundové výrobky složené až z 95 % čistého Al_2O_3 mají kromě vysoké žáruvzdornosti nepatrnou tepelnou roztažnost (izolátory zapalovacích svíček).

Siliciumkarbidové výrobky jsou z karbidu křemíku spojeného žáruvzdorným jílem nebo kaolinem. Mají desetkrát větší tepelnou vodivost než šamot a používají se ke stavbě pecí s vnějším topením, na lící kelímky a pálící pomůcky.

Cermety patří k novodobým žáruvzdorným materiálům. Spojují v sobě vlastnosti kovů s tvrdostí a žáruvzdorností keramiky. Jsou z nich vyrobeny topné elektrické odpory, lopatky plynových turbín, spalovací komory proudových a raketových motorů. [4], [7]



Obr.4. Příklady použití žáruvzdorné keramiky [9]

3.2.5 Druhy žáruvzdorné keramiky

Žáruvzdorné keramické materiály se rozdělují:

- podle obsahu hlavních složek, tj. **podle jejich chemického a fázového složení** (viz tab. 1),
- podle **žáruvzdornosti**,
- podle **hutnosti** (pod 45% pórů hutné, nad 45% lehčené) ,
- podle **způsobu výroby** (lisované, lité...),
- podle **formy** (tvarované a netvarované),
- podle **typu vazby** (pojiva).

Odpovídající žáruvzdorný materiál	Minerál	Bod tání [°C]	Chemický vzorec	Žáruvzdorná sloučenina	
				název	složení
OXIDICKÉ					
dinas šamot vysocehlinité mullit korund forsterit zirkonové zirkoničité chromité chrommagnezit magnezitchrom spinelové magnezit dolomit	cristobalit tridymit korund baddeleyit escolite periklas	1710 2050 2700 2300 2800 2600	<div><div>SiO₂</div><div>Al₂O₃</div><div>ZrO₂</div><div>Cr₂O₃</div><div>MgO</div><div>MgO, CaO</div></div>	mullit forsterit zirkon chromitý spinel spinel	3Al ₂ O ₃ ·2SiO ₂ 2MgO·SiO ₂ ZrO ₂ ·SiO ₂ MgO·Cr ₂ O ₃ MgO·Al ₂ O ₃ MgO·CaO
NEOXIDICKÉ					
karbidy silicium-karbidové	silicium karbid	2500	SiC		
OSTATNÍ					
grafitové uhlíkaté	grafit amorfní uhlík	>3000	C		

Tab. 1. Základní druhy žáruvzdorných keramických materiálů [7]

V praxi užívaným rozdělením pro žáruvzdornou keramiku je krom chemického složení především rozdělení podle formy, ve které se tyto materiály dodávají, na **tvarové a netvarové**.

Výrobky z **tvarové žáruvzdorné keramiky** se vyrábějí tvarováním plastických nebo lisováním sypkých směsí axiálně nebo izostaticky při pokojové, zvýšené až vysoké teplotě, zhutňováním pomocí vibrací, litím z břechky, odléváním taveniny apod.

Výrobky z **netvarové žáruvzdorné keramiky** se dodávají jako polotovary - předem zhutněné, tvárné a vlhké plásty či jako suché směsi, které se po zvlhčení na místě použití snadno lisují, odlévají, nebo se nanášejí metáním apod. a nabývají konečnou podobu a vlastnosti pomocí vazby, jenž může být vytvořena několika mechanismy (viz 3.2.5.2). Drobnozrnné materiály se používají většinou jako malty a tmely, v některých případech jako stříkací směsi. [3], [7]

3.3 Žáruvzdorné materiály v systému $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$

Tato práce je zaměřena na kordieritovou hmotu, která patří do skupiny tzv. *hořečnatých hlinitokřemičitanů*, proto se následující statě budou zabývat již jen touto skupinou z mnoha druhů žáruvzdorných keramických materiálů.

3.3.1 Hlinitokřemičité žáruvzdorné materiály

Hlinitokřemičité žáruvzdorné materiály obsahují jako základní složky **oxid hlinitý Al_2O_3 a oxid křemičitý SiO_2** v různém poměru.

Do hlinitokřemičitých žáruvzdorných materiálů se řadí následující skupiny:

- a) **vysocehlinité** (*HA-High Alumina*) s obsahem nad 45% Al_2O_3 , mezi které se obvykle zařazují i korundové materiály s obsahem nad 90% Al_2O_3 ;
- b) **šamotové** (*FC-Fireclay*) s obsahem od 30 do 45 % Al_2O_3 ;
- c) **šamot s nízkým obsahem Al_2O_3** (10- 30%, *LF-Low alumina Fireclay*);
- d) **kyselý šamot**, v podstatě křemičité materiály (kolem 10% Al_2O_3 , převaha 85-93 % SiO_2 , *SS-Siliceous*) ;
- e) **dinas** (SL-Silica) s převahou SiO_2 (nad 93%) .

Dále se při klasifikaci uvádí **druh základních materiálů** (korund, bauxit, andalusit, lupek...), **stav základních materiálů** (suroviny přírodně vypálené nebo nevypálené, základní materiály uměle připravené pálením nebo tavením) a **druh vazby** (keramická, chemická, vazba vzniklá tavením...). Podrobnější klasifikace je uvedena v tab. 2, dle ČSN EN 1275-1. [3], [7]

Druh výrobku	Skupina	Obsah (hmotn. %)	
		Al ₂ O ₃	SiO ₂
materiály vysocehlinité	HA 98	Al ₂ O ₃ ≥98	
	HA 95	95≤Al ₂ O ₃ <98	
	HA 85	85≤Al ₂ O ₃ <95	
	HA 75	75≤Al ₂ O ₃ <85	
	HA 65	65≤Al ₂ O ₃ <75	
	HA 55	55≤Al ₂ O ₃ <65	
	HA 45	45≤Al ₂ O ₃ <55	
materiály šamotové	FC 40	40≤Al ₂ O ₃ <45	
	FC 35	35≤Al ₂ O ₃ <40	
	FC 30	30≤Al ₂ O ₃ <35	
šamot s nízkým obsahem oxidu hlinitého	LF 10	10≤Al ₂ O ₃ <30	SiO ₂ <85
kyselý šamot	SS 85		85≤SiO ₂ <93
dinas	SL 93		SiO ₂ ≥93

Tab. 2. Rozdělení hlinitokřemičitých materiálů [7]

S ohledem na přírodní surovinové zdroje jsou hlinitokřemičité materiály (hlavně šamotové) **nejrozšířenějšími žáruvzdornými keramickými materiály**. Vedle široké palety tvarových výrobků, hutných i lehčených, tvoří hlinitokřemičitany základ pro tzv. žáromonolity. Mezi hlinitokřemičité materiály se zařazují svou podstatou i žáruvzdorné vláknité výrobky.

Jako **suroviny** pro výrobu hlinitokřemičitých materiálů se používají **přírodní i umělé**, průmyslově připravené materiály (žáruvzdorné jíly, žáruvzdorné pálené zeminy, plavené kaolíny, křemičité písky, křemičité břidlice, minerály skupiny silimanitu a bauxitu, resp. výrobky z kalcinovaného oxidu hlinitého, tj. různé typy korundu, slinutý syntetický mullit aj.).

Při **výrobě** tvarových hlinitokřemičitých materiálů se pak uplatňují v zásadě čtyři technologické postupy: výroba **z polosuchých směsí**, výroba **z plastických hmot** (tažením či lisováním), **lití a tlakové vstřikování** a **suché lisování**. Směsi pro jednotlivé technologie se liší poměrem ostřiva a pojiva a obsahem vlhkosti. **Výpal** probíhá zpravidla při takové teplotě, kdy se ve vypalovaném výrobku začíná tvořit tavenina, která ovlivňuje procesy slinování a fázové přeměny (nadměrný obsah taveniny ovšem nesmí ve výrobcích způsobit jejich deformaci – omezit teplotu). **Teploty výpalů** se v praxi pohybují mezi 1000 – 1400 °C, neboť těchto teplot lze dosáhnout běžnými palivy a ani konstrukce pecí nevyžaduje speciální materiály. Žáruvzdorná keramika se ovšem vypaluje i při teplotách mnohem vyšších. Pro jednotlivé druhy hlinitokřemičitých výrobků pohybují obvykle v následujících mezích:

- běžné druhy šamotových výrobků 1250 – 1400 °C;
- špičkové druhy šamotových výrobků 1400 – 1500 °C;
- mullitové a mullitokorundové výrobky 1550 – 1650 °C;
- korundové výrobky 1600 – 1700 °C.

[3], [7]

3.3.2 Hořečnaté žáruvzdorné materiály

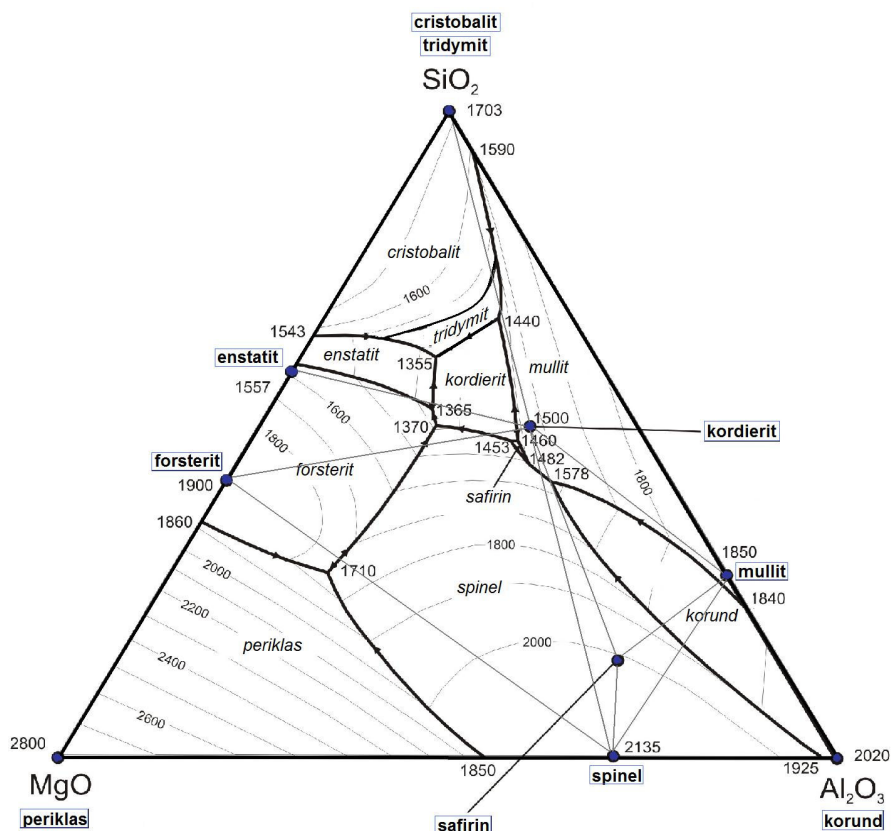
Podstatnou, převládající anebo funkčně významnou složkou žáruvzdorných materiálů, označovaných jako hořečnaté, je **oxid hořečnatý MgO**.

V tříložkové soustavě $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ se vyskytuje několik binárních a ternárních sloučenin, z nichž obzvláště důležité jsou: **kordierit**, **steatit** a **forsterit**, jež jsou nositeli hlavních vlastností keramiky kordieritové, steatitové a forsteritové. Všechny uvedené materiály se s výhodou využívají v elektrotechnice, kde se uplatňují především pro své elektroizolační vlastnosti. Navíc **steatit** se vyznačuje vysokou mechanickou pevností, nízkým ztrátovým činitelem a vysokým elektrickým odporem, **forsterit** vakuovou těsností a nízkými dielektrickými ztrátami při vysokých frekvencích a **kordierit** nízkým koeficientem teplotní roztažnosti (viz níže). **Nevýhodou** hmoty, jejíž hlavní fázový základ tvoří periklas jsou náchylné k reakci se vzdušnou vlhkostí a následná **hydratace materiálu**.

[2], [3], [8]

Fázový diagram soustavy $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ je uveden na obr. 5. I když většina provozních receptur obsahuje různé další minoritní přísady, fázový diagram dobře vystihuje chování hmot při výpalu a umožňuje výklad procesů, jež při tom probíhají.

[2], [3]



Obr. 5. Fázový diagram soustavy $MgO - Al_2O_3 - SiO_2$ [10]

3.3.2.1 Složky soustavy $MgO-Al_2O_3-SiO_2$

Oxid hořečnatý MgO

MgO se v přírodě vyskytuje ve velkém množství jako minerál **magezit** $MgCO_3$ nebo **mastek** $Mg_3Si_4O_{10}(OH)$, je též součástí **dolomitu** $(Mg, Ca)CO_3$ a jen v malém množství jako oxid ve formě minerálu s názvem **periklas**. Patří ke skupině alkalických zemin.

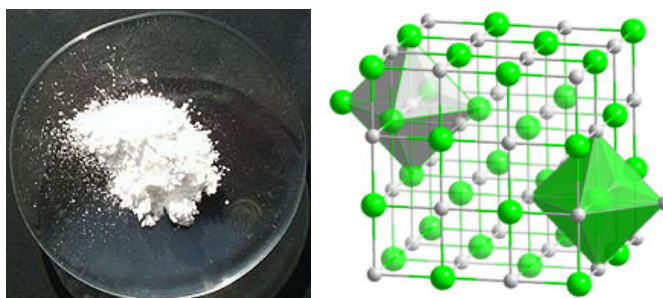
Magnezitový žáruvzdorný materiál obsahující MgO může být získán z velmi čisté magnezitové rudy jednoduchou úpravou a následnou kalcinací při teplotě $500 - 700\text{ }^{\circ}C$. Žáruvzdorné materiály na bázi dolomitu jsou dosud používány, především v Evropě (např. v ocelářství).

Dalším komerčně využívaným zdrojem oxidu hořečnatého je mořská voda a nánosy solí bohatých na MgO . 500 l mořské vody obsahuje okolo 1 kg MgO ve formě chloridu hořečnatého. Chlorid hořečnatý reaguje se zásadou (obyčejné, nebo hašené vápno) za vzniku $Mg(OH)_2$. Precipitát je promýván, tlakově filtrován, sušen a nakonec kalcinován ve velkých rotačních pecích při teplotě $750 - 900\text{ }^{\circ}C$ za vzniku MgO .

Z hlediska použití v keramické výrobě se jedná o **tavivo vhodné pro střední a vyšší teploty**. Dodává se prostřednictvím $MgCO_3$, lehkého pudrovitého bílého prášku, který je méně rozpustný než MgO . Dále se dodává také dolomitem a mastkem. V kombinaci s CaO se snižuje teplota tavení. Je cenný pro svou nízkou teplotní roztažnost. Pokud jím má být nahrazeno jiné tavivo, je lepší nahradit vápník, barium a zinek než alkalické kovy, aby se zachoval charakter povrchu. Pokud se ho přidá přespříliš, povrch bude matný nebo suchý.

Teplota tání čistého MgO je $2800\text{ }^{\circ}C$, začíná se tavit při $1170\text{ }^{\circ}C$. Zvyšuje povrchové napětí.

[9]



Obr. 6. Čistý oxid hořečnatý a jeho struktura [9]

Oxid hlinitý Al_2O_3

Oxid hlinitý se nachází v přírodě **v čisté formě jako minerál korund**, což je modifikace $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. **V méně čisté podobě** se vyskytuje **ve formě hydrátů**, jež tvoří základní surovinu pro průmysl hliníku (bauxity). Pro keramické účely se používají buď čistší bauxity nebo častěji **syntetický oxid hlinitý**, event. jeho hydráty.

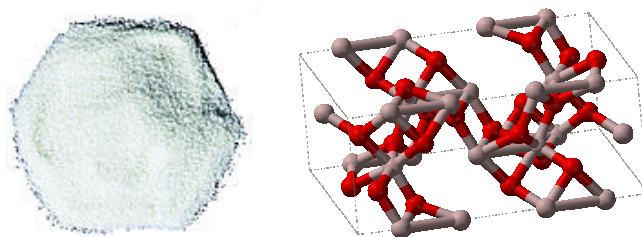
Krystalových modifikací Al_2O_3 je celá řada, **konečnou modifikací je $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$** , jež neprodělává žádné fázové přeměny v celém intervalu teplot od pokojové po teplotu tání (2050°C). Této formy Al_2O_3 se dosáhne ze všech hlinitých surovin (hydrátů nebo jiných sloučenin) pomocí tepelného rozkladu a následující řady modifikačních přeměn – tzv. **kalcinace**, běžně kolem 1200°C .

Al_2O_3 , který byl v konečném stadiu výroby kalcinován na 1200°C , sestává z pórovitých shluků částic, jež se při výpalu smršťují a tím zvětšují i smrštění keramických výrobků. Proto je v některých případech žádoucí kalcinaci opakovat a to minimálně na teplotu, jako je vypalovací teplota výrobků (obvykle $1400\text{--}1700^\circ\text{C}$).

Vysokoteplotní kalcinace ovlivní mimo smrštění i jiné fyzikální vlastnosti, zejména měrný povrch, hustotu a mechanické vlastnosti shluků, jež se uplatní při mletí. Je třeba dodat, že vlastnosti různých druhů Al_2O_3 , popř i jednotlivých šarží jsou poněkud odlišné.

Čím vyšší je teplota kalcinace, tím více se tyto rozdíly ve fyzikálních vlastnostech i v technologickém chování stírají. Vysokoteplotní kalcinace je tedy mimo jiné prostředkem k docílení suroviny o konstantních vlastnostech a tím i snížení rozptylu vlastností výrobků.

[8]



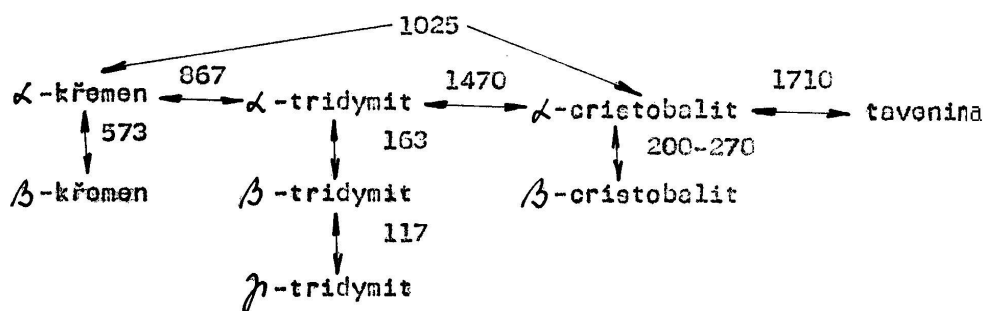
Obr. 7. Čistý oxid hlinitý a jeho struktura [9]

Oxid křemičitý SiO_2

Oxid křemičitý je v přírodě velmi rozšířen a to i ve velmi čistých formách. Nejčistší přírodní formou jsou křišťály a některé žilné křemeny, u kterých lze praním v kyselinách dosáhnout více než 99,95%. Běžnější surovinou jsou písky, pískovce a křemence s různým obsahem nečistot.

Oxid křemičitý představuje **jednosložkovou soustavu**, která má zásadní důležitost v silikátovém průmyslu. V závislosti na teplotě a tlaku (převážně však na teplotě, tlak má v kondenzovaných soustavách menší význam) prodělává **řadu modifikačních přeměn, doprovázených objemovými změnami**, jež mají zásadní význam jak při výrobě keramiky, obsahující SiO_2 , tak při použití výrobků z této keramiky.

Za **základní krystalické formy** SiO_2 se považují **křemen, tridymit a cristobalit**, z nichž každý má svou nízkoteplotní a vysokoteplotní modifikaci. Oblasti jejich existence a teploty modifikačních přeměn jsou znázorněny schématem na obr. 7.



Obr. 8. Formy SiO_2 a jejich modifikace [8]

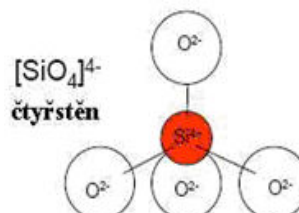
Modifikační přeměny **ve vodorovném směru** patří k typu **rekonstruktivních přeměn**, tj. takových, při kterých dochází k přerušení vazeb a úplné změně uspořádání základních stavebních kamenů krystalové mřížky, tetraedrů $[\text{SiO}_4]^{4-}$. Jsou proto ve směru k stabilním vysokoteplotním modifikacím velmi pomalé. Tyto modifikace vznikají až dlouhodobým temperováním na příslušné teploty a při obráceném postupu (tj. ochlazování) lze vysokoteplotní formy snadno přechladit. Vznikají tak termodynamicky nestabilní formy β, γ -trydimit a β -cristobalit. Tyto přeměny, vyznačené **ve vertikálním směru**, jsou tzv. **přeměny displacivní**, kde ke změně krystalové modifikace stačí jen natočení základních tetraedrů. Dochází při nich jen k malým změnám energie a jsou proto velmi rychlé.

Přihlíží-li se k velmi jemným rozdílům ve struktuře, nekystalickým modifikacím a modifikacím, vznikajícím za zvýšeného tlaku, je známo celkem 23 modifikací SiO_2 :

atmosférický tlak		vysoký tlak	
krystalické modifikace			
křemen nízkoteplotní	do 573°C	keatit	400 - 500°C
křemen vysokoteplotní	573 - 867°C		80 - 130 MPa
tridymit	do 64°C	coesit	1700°C
tridymit S-II	64 - 117°C		1500 - 4000 MPa
tridymit S-III	117 - 163°C	stishovit	1200 - 1400°C
tridymit S-IV	163 - 210°C		16000MPa
tridymit S-V	210 - 475°C		
tridymit S-VI	475 -1470°C		
tridymit M-I	do 117°C		
tridymit M-II	117 - 163°C		
tridymit M-III	nad 163°C		
cristobalit nízkotepl.	do 272°C		
cristobalit vysokotepl.	272 -1723°C		
silika W - řetězová struktura			
melanoflogit			
metamict			
nekystalické (amorfní) modifikace			
skelný SiO ₂	pod 1723°C	kompaktní skelný SiO ₂	
kapalný SiO ₂	nad 1723°C	supra-piezo-skelný SiO ₂	

Tab. 3. Modifikace SiO_2 [8]

Jako zvláštní se jeví **tridymit**, který se uvádí celkem v 9 modifikacích. Bylo zjištěno, že tridymit **není stabilní fází systému SiO_2** . Ukázalo se totiž, že je-li výchozí SiO_2 velmi čistý (nečistoty $10^{-2}\%$), přechází při 1025°C z křemene rovnou na cristobalit a obráceně. Ve všech existujících vzorcích tridymitu jsou naopak přítomny i jiné ionty, než Si^{4+} a O^{2-} (kovy nebo H_2O). Z toho lze usoudit, že tridymit je ve skutečnosti fáze, náležející do příslušného vícesložkového systému. V praxi se ovšem pracuje se systémy znečištěnými natolik, že je účelné pojednávat i nadále o tridymitu v souvislosti s jednosložkovou soustavou SiO_2 .



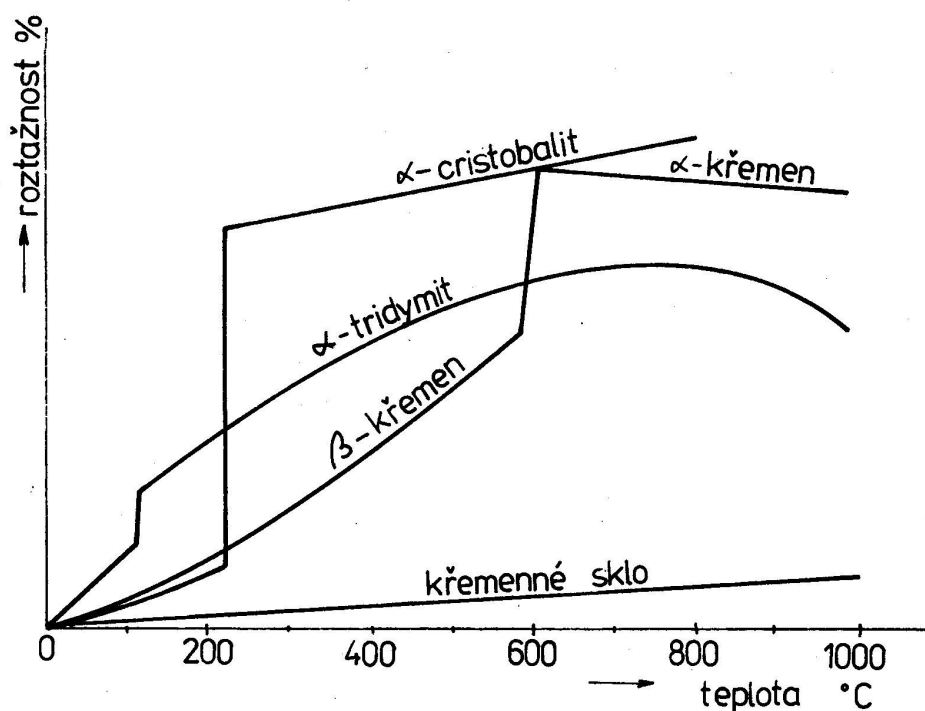
Obr. 9. Čistý SiO_2 a jeho základní struktura [9]

Objemové změny, doprovázející nejčastější modifikační přeměny jsou shrnuty v tab. 4 a na obr. 9 :

Přeměna	Objemová změna (%)	
	+)	++)
β - křemen \longrightarrow α - křemen	0,82	0,82 - 1,3
α - křemen \longrightarrow α - tridymit	16,0	14,4
α - křemen \longrightarrow α - cristobalit	15,4	17,4
β - tridymit \longrightarrow α - tridymit	0,4	0,5
β - cristobalit \longrightarrow α - cristobalit	2,8	2,0 - 2,8

objemová změna má v naznačeném směru kladnou hodnotu
+) dle P.P.Budnikova, ++) dle Harders-Kienowa.

Tab. 4. Objemové změny při přeměně modifikací SiO_2 [8]



Obr. 10. Dilatační křivky hlavních krystalových modifikací SiO_2 [8]

Změny objemu následkem tepelné roztažnosti jsou víceméně plynulé. Zajímavá je anomálie vysokoteplotní formy křemene – má negativní koef. Tepelné roztažnosti ve všech směrech. Tridymit má na křivce roztažnosti rovněž maximum, nad nímž se s rostoucí teplotou smršťuje. Je však otázka, zda to v tomto případě není způsobeno počínajícím slinováním vzorků, jež vzhledem k nedostupnosti větších krystalů musí být připravovány z jemnozrnného materiálu. [8]

3.3.2.2 Fáze soustavy $MgO-Al_2O_3-SiO_2$

Cristobalit, tridymit

Cristobalit a **tridymit** jsou **vysokoteplotními modifikacemi oxidu křemičitého SiO_2** , liší se tedy pouze typem krystalové mřížky. Vyšší cristobalit je kubický, nižší cristobalit má tetragonální symetrii. Vyšší tridymit má hexagonální symetrii, nižší tridymit je monoklinický nebo rombový. Vyšší cristobalit je stabilní od 1470 °C po bod tání (1703 °C). Složení odpovídá vzorci SiO_2 , přitomno může být nepatrné množství izomorfního Al a Na. Viz kap. 3.3.2.1. [2], [3], [9]

Periklas

Periklas je **jedinou stabilní modifikací oxidu hořečnatého MgO** . Chemicky i strukturně je jednoduchou a nejedovatou sloučeninou. Žáruvzdorné materiály z periklasu jsou odolné proti působení zásaditých strusek a tavenin obsahujících oxidy železa, proto se uplatňují jako vyzdívky pecí a nádob ve výrobě oceli a převyšují tedy i materiály, jejichž podstatou je CaO . Teplota výskytu v systému $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ od 1700 °C až po teplotu tání 2800 °C. Viz kap. 3.3.2.1. [2], [3], [9]

Korund

Korund je **modifikace α oxidu hlinitého Al_2O_3** . Zpravidla bývá čistý a odpovídá teoretickému vzorci Al_2O_3 , pouze drahokamové odrůdy obsahují malá množství příměsí Cr, Fe nebo Ti, které způsobují jejich typickou barvu. Čistý korund je bílý a s nečistotami může být růžový nebo zelený. Korund je dobrý elektrický izolant, má vysokou mechanickou pevnost, dobrou odolnost vůči otěru a teplotě, výbornou chemickou stabilitu a dobrou tepelnou vodivost, ale omezenou odolnost vůči tepelným rázům. Korundová keramika je široce využívána v aplikacích, které vyžadují vysokou tvrdost, otěruvzdornost, chemickou odolnost (velmi dobrá odolnost vůči kyselinám a zásadám), možnost použití při vysokých teplotách. Nevýhodou je její slabší odolnost vůči teplotním šokům a relativně vysoká křehkost. Teplota tání čistého korundu je 2050 °C, výskyt v soustavě $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ od 1578 °C. Viz kap. 3.3.2.1. [2], [3], [9]

Spinel

Také označován jako „spinel hliníku“. Je to **binární fáze** soustavy $MgO-Al_2O_3-SiO_2$. Teoretické složení **$MgO \cdot Al_2O_3$** spinel většinou nemá, běžně obsahuje izomorfní podíl jiných koncových členů spinelové skupiny, např. Fe, Cr, Zn. Typickou vlastností spinelu je vysoká tvrdost. Bod tání v soustavě $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ odpovídá 2135 °C a vyskytuje se zde od 1370 °C. [2], [3], [9]

Mullit

Mullit tvoří v systému $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ **binární fázi** $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$. Mullit vzniká z metakaolinitu nepřímo, kdy poměrně složitým mechanismem vzniknou nejprve mezifáze. Vzniká působením vysokých teplot na jíly a další hlinitokřemičité materiály a u materiálů s vysokým obsahem Al_2O_3 ho vzniká více. Rovnovážný bod tání mullitu je $1828^\circ C$, za metastabilních podmínek taje mullit asi při $1890^\circ C$. Existují ovšem spory o způsob tání mullitu, jeho teplotu tání a rozsah oblasti tuhých roztoků. Jedinou stabilní sloučeninou je mullit, který obsahuje 71,8 hm% Al_2O_3 (teoretické složení). Tvoří poměrně nízké eutektikum s SiO_2 . Je jednou z hlavních fází všech keramických materiálů na bázi jílových surovin. Základním předpokladem pro vysoké procento mullitu je pak vhodné složení systému. Mullit je stabilní krystalickou fází, která nevykazuje žádnou modifikační přeměnu spojenou s objemovými změnami. Kromě vysoké teploty tání se vyznačuje vynikající chemickou odolností. Má vysoký modul pružnosti a proto jednoznačně přispívá ke zvýšení mechanické pevnosti. Je tedy obvykle výhodné, aby obsah mullitu v keramickém materiálu byl co největší. Mullit se vyskytuje v soustavě $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ od $1440^\circ C$. [2], [3], [9]

Enstatit

Enstatit je **binární fází** systému $MgO-Al_2O_3-SiO_2$, na hranici mezi MgO a SiO_2 jako **křemičitan hořečnatý** $3(MgO \cdot SiO_2)$. Vzniká při výpalu mastku jako krystalická fáze, přičemž se uvolňuje ještě amorfni oxid křemičitý a voda. Enstatit má několik modifikací – při teplotách nad $500^\circ C$ se vyskytuje jako klioenstatit a při teplotě $1250^\circ C$ se přeměňuje na protoenstatit, přičemž se jeho objem zvětšuje. Teplota $1537^\circ C$ je pak teplotou tání. Výskyt v soustavě $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ od $1355^\circ C$. Je hlavní krystalickou fází tzv. steatitové keramiky, která je používána jako konstrukční izolační materiál díky svým mechanickým a elektrickým vlastnostem. [2], [3], [9]

Forsterit

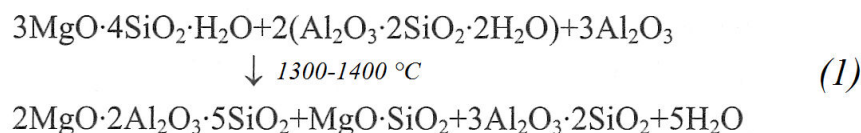
Forsterit je **binární fází** systému $MgO-Al_2O_3-SiO_2$, podobně jako enstatit. Chemické složení forsteritu je $2MgO \cdot SiO_2$. Je to minerál, který krystalizuje v romboické soustavě a taje bez rozkladu při teplotě $1890^\circ C$. Teplota výskytu v systému $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ je od $1365^\circ C$. Forsteritová keramika se používá v elektrotechnice tam, kde je potřeba spojit keramiku s kovem (významné dielektrické vlastnosti a vysoký koeficient délkové teplotní roztažnosti, který se blíží kovům). [2], [3], [9]

Safirin

Safirin je **ternární fází** v systému $MgO-Al_2O_3-SiO_2$. Jeho chemické složení je $4MgO \cdot 5Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$. [2], [3], [9]

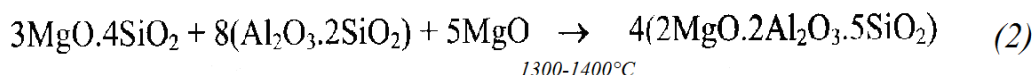
Kordierit

Kordierit je **ternární fází** v systému $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ o sumárním vzorci $2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$, který je možné připravit reakcemi v pevném stavu z homogenizované směsi **mastku, kaolinitu a oxidu hlinitého** podle rovnice:

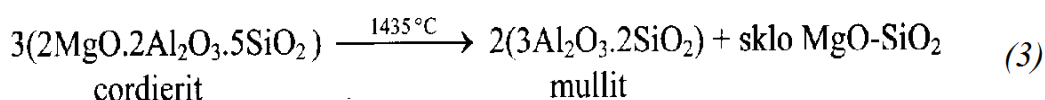


V tomto případě spolu s kordieritem, kterého se získá maximálně 80% teoretického množství, vzniká **také enstatit** $MgSiO_3$ a **mullit** $Al_6Si_2O_{13}$.

Kordierit pak může být také připraven ze směsi **kalcinovaného mastku, metakaolinitu a oxidu hořečnatého**, kdy vzniká **bez dalších produktů**:



Minerál kordierit má dvě modifikace. Nízkoteplotní forma μ -kordierit má vláknité krystaly a vzniká krystalizací skla kordieritového složení **pod teplotou $925^\circ C$** . **Vysokoteplotní forma α -kordierit** vzniká monotropní, nevratnou přeměnou μ -kordieritu v teplotním intervalu **$975 - 1150^\circ C$** . V kordieritové keramice, vypalované obvykle na teploty vyšší než $1200^\circ C$, se tedy vyskytuje pouze α -kordierit, a to **až do $1435^\circ C$** , což je **teplota tání kordieritu, spojená s jeho rozkladem** na forsterit a mullit:



Současně se výrazně mění vlastnosti kordieritu, zejména teplotní roztažnost – **použití kordieritové keramiky je tedy teplotou $1435^\circ C$ limitováno.** [7]



Obr. 11. Minerál kordierit [9]

3.3.2.3 Kordieritová keramika

Složení a výroba kordieritové keramiky

Hlavní krystalickou fází je **kordierit, obklopený skelnou fází**. Mohou být přítomny i další krystaly: mullit, spinel, cristobalit, forsterit, enstatit – podle výchozího složení a použitých surovin.

Při přípravě kordieritové keramiky se prakticky vychází ze směsi **30 – 45 hm.% mastku, 35-45 hm.% žáruvzdorného jílu a 17- 25 hm.% oxidu hlinitého nebo oxidu hořečnatého** (viz výše). Tato kombinace je prakticky výhodná, neboť je jemnozrnná, neabrazivní a má velmi dobré tvarovací vlastnosti.

Směs se připravuje nejčastěji společným **mletím za mokra**.

Tvarování se provádí **všemi** obvyklými **způsoby**, od plastického až po suspenzní lití. Mastek je i za sucha poněkud deformovatelný, takže se může vylisovat na kompaktní výlisek i bez přídavku vody.

Vysušené polotovary **se vypalují** na teploty obvykle **1350 – 1410 °C**. Při výpalu kordieritové keramiky do slinutí se často na povrch vypalovaných těles **vylučuje skelná tavenina** a dochází k tzv. **samoglazovacímu efektu**. Výhodou je také **malé smrštění při vypálení**, jež umožňuje přesně dodržet rozměry výrobků. Při tvarování směsi s vysokým obsahem mastku však může nastat orientace jeho tabulkovitých částic, takže se výlisek při pálení smršťuje odlišně v různých směrech, popř. má výrobek odlišné vlastnosti podle směru (např. koef.teplotní roztažnosti). Tento efekt je tím výraznější, čím výraznější je krystalický charakter mastkové suroviny. V případě kordieritu (podobně jako u steatitu) se setkáváme s problémy při vypalování, neboť u složení směsí blízkých kordieritu se při teplotě likvidu tvoří velké množství taveniny. Jsou známy případy, kdy na téměř malém vzorku je patrná zóna nedopálená (pórovitá) i zóna úplně protavená, i když zde rozdíl teplot činil pouze několik stupňů.

Šířka intervalu slinování kordieritové keramiky je cca **5-10 °C**. Jeho dvojnásobné až trojnásobné rozšíření se docílí přídavkem živce do směsi (2-4 hm.%) a nebo do 5 hm% oxidu zirkoničitého ZrO_2 , křemičitanu olovnatého $PbSiO_3$ či uhličitanu barnatého $BaCO_3$. Tyto přídavky však mohou nepříznivě ovlivnit jinak nízký koeficient teplotní roztažnosti kordieritové keramiky. Živec navíc zhoršuje elektrické vlastnosti.

Dle technologie výroby **lze vyrobit střep s různými vlastnostmi**, od slinuté kordieritové keramiky používané pro výrobu součástek v elektrotechnice až po pórovitý materiál používaný pro nosiče topných desek.

[2], [7]

	Teplota výpalu (°C)	Hmotnostní díly	Kaolin	Plastický jíl	Máloplastický jíl	Žáruvzdorný jíl	Šamotový odpad - drcený	Mastek	g Al ₂ O ₃ - Nabalox 105	Živec	Hnědé uhlí	Fe ₂ O ₃	WAX TPP 450
Kordierit	1400	od do	-	25 29	-	-	-	38 42	31 35	-	-	-	-
Kordierit tažený	1400	od do	-	27 31	-	-	-	37 41	30 34	-	-	-	-
Kordierit	1400	od do	-	29 33	-	-	-	36 40	29 33	-	-	-	-
Kordierit	1350	od do	-	27 31	-	6 10	-	23 27	28 32	6 10	-	-	-
Kordierit slinutý	1320	od do	14 18	15 19	-	-	-	23 27	22 26	16 20	-	-	-
Kordierit malé díly	1320	od do	58 62	13 17	-	-	8 12	13 17	-	-	-	-	-
Kordierit velké díly	1320	od do	22 26	-	-	-	-	50 56	14 20	-	-	1 2	-
Kordierit	1300	od do	29 33	9 13	-	-	-	49 53	-	5 9	-	-	-
Pyrostat	1320	od do	-	42 46	-	-	28 32	23 27	-	-	-	0,5 0,8	-
Pyrostat	1320	od do	-	9 13	50 54	-	15 19	-	-	-	18 22	-	-
Pyrostat	1300	od do	-	46 50	-	40 44	-	8 12	-	-	-	-	-
Pyrostat	1300	od do	14 18	24 28	-	44 48	-	10 14	-	-	-	-	*)

Tab. 5. Složení kordieritových hmot používaných v tech. keramice [1]

Vlastnosti kordieritové keramiky

Kordieritová keramika se vyznačuje především mimořádně **nízkým koeficientem délkové teplotní roztažnosti**, který má příznivý vliv na **odolnost proti náhlým změnám teploty**. Teplotní koeficient lze navíc dobře regulovat přidávkou SiO_2 , který tvoří s kordieritem tuhý roztok a koeficient zvyšuje. Z hlediska žárového předurčuje vhodnost použití kordieritové keramiky materiálů především její poměrně vysoká **únosnost v žáru**. Další vlastnosti, které nám napovídají o struktuře kordieritové keramiky je **objemová hmotnost** a zdánlivá **pórovitost**, které určují i další fyzikální vlastnost – **pevnost v tlaku za studena**. [5]

Vlastnost	Cordierit
hustota d (gcm^{-3})	2,4
otevřená pórovitost P_a (%)	0,5
objemová hmotnost OH (gcm^{-3})	1,9
pevnost v ohybu R_f (MPa)	110
pevnost v tlaku R_{pd} (MPa)	> 500
střední koeficient délkové teplotní roztažnosti $\alpha_{30-100^\circ\text{C}} \cdot 10^{-6} (\text{K}^{-1})$	1,5 - 3,5
střední koeficient délkové teplotní roztažnosti $\alpha_{30-600^\circ\text{C}} \cdot 10^{-6} (\text{K}^{-1})$	4
odolnost proti teplotním šokům ΔT_{krit} (K)	300
vnitřní rezistivita $\rho_{v, 200^\circ\text{C}}$ (Ωm)	10^7
měrné teplo $c_{p20-100^\circ\text{C}}$ ($\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$)	850
tepelná vodivost $\lambda_{30-100^\circ\text{C}}$ ($\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$)	2
max. teplota použití t_{max} ($^\circ\text{C}$)	1000

Tab.6. Vlastnosti kordieritové keramiky [7]

Využití kordieritových hmot v průmyslu

Kvůli vysoké odolnosti proti náhlým změnám teplot se **pórovité** kordieritové materiály používají jako **žáruvzdorné materiály** např. pro pálicí pomůcky, jako keramické tepelně-izolační součástky - držáky topení, nosiče topných spirál apod. V oblasti automobilového průmyslu se úspěšně využívá tažený kordieritový substrát s voštinovou strukturou jako hlavní součást reaktoru pro katalytické odstraňování škodlivých součástí výfukových plynů spalovacích motorů.

Druhou významnější aplikací tentokrát **slinutého** kordieritu je využití v elektrotechnice jako **elektroizolační materiál**, kde se vyžaduje zároveň i mechanická pevnost. Vzhledem k vysokým dielektrickým ztrátám však není vhodné kordierit používat ve vysokofrekvenčních obvodech.

[1], [2], [6]



Obr. 12. Výrobky z kordieritu C 520 [7]

3.4 Živce

Živce se přidávají do kordieritových hmot pro snížení vypalovací teploty, rozšíření slinovacího intervalu či docílení nulové nasákavosti slinutého střepu. Jelikož právě první dva jmenované účinky jsou hlavní náplní této práce, je třeba se o živcích podrobněji zmínit.

Živce jsou prakticky jedinou surovinou, jíž se do keramických směsí vnášejí alkálie. Jsou to **hlinitokřemičitany** (aluminosilikáty), obsahující Na^+ , K^+ a Ca^{2+} . Tyto kationty se mohou vzájemně substituovat, takže vzniká celá řada odrůd, rozmnožených ještě o polymorfní modifikace.

Nejčastěji používané základní druhy živců v keramice:

- **živec draselný** - *ortoklas, mikroklin, sanidin a adular*; $K_2O.Al_2O_3.6SiO_2$
Draselný živec je čistší, čirý a pro porcelánové hmoty, zvláště glazury, výhodnější.
- **živec sodný** - *albit* $Na_2O.Al_2O_3.6SiO_2$, *nefelin* $Na_2O.Al_2O_3.2SiO_2$
Sodné živce taví snadněji (při nižší teplotě), než živce draselné. Sodný živec je mléčně zakalen (způsobeno mikronovými bublinkami.)
- **živec vápenatý** - *anortit* $CaO.Al_2O_3.2SiO_2$
V přírodě se jako surovina nevyskytuje, pouze ve směsných živcích s albitem.

Draselný a vápenatý živec jsou téměř nemísitelné, ortoklas a albit tvoří směsné živce, perity (mikrokrystalické srůsty obou živců) a aplity (jemně zrnité, vedle sebe vykrystalizované žilné horniny, složené z obou živců).

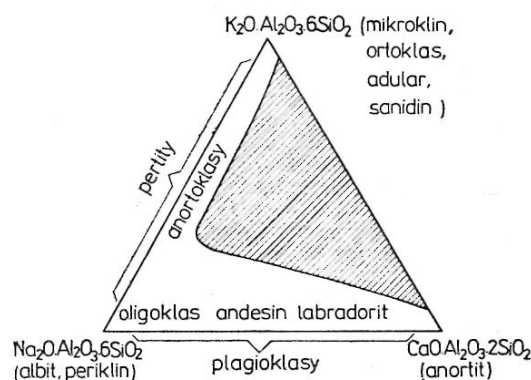
Naproti tomu anortit a albit tvoří tuhé roztoky, které jsou dalším druhem živců, tzv. tzv. sodno-vápenaté. Jsou to:

- **oligoklasy** – sodno-vápenaté živce, které obsahují pouze do 30% anortitu;
- **plagioklasy** – sodno-vápenaté živce, které obsahují více jak 30% anortitu, představují plynulou řadu živců andezit, labradorit, bytownit, anortit, vzácně i tzv. hialofany.

[2], [7], [8]

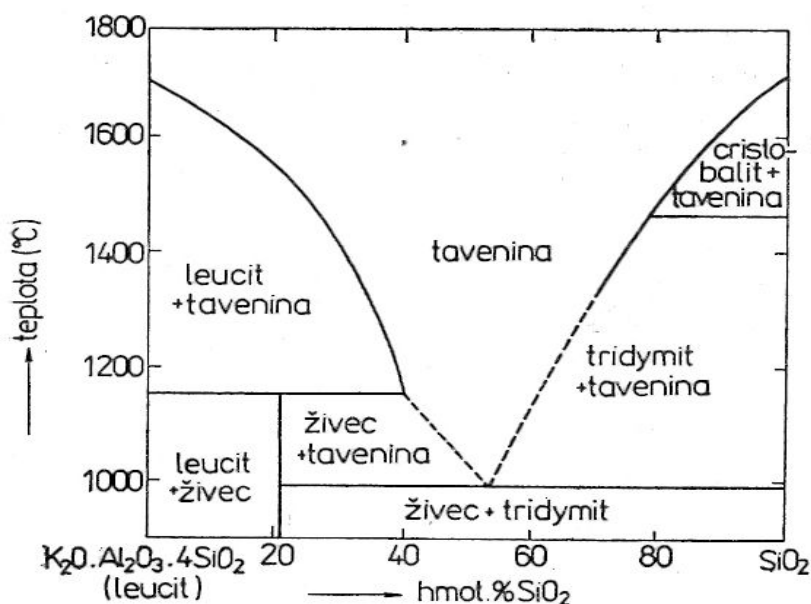
Druh živce	Vzorec	Obsah složky (hmotn. %)				
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CaO
draselný	KAlSi ₃ O ₈	64,70	18,40	16,90	-	-
sodný	NaAlSi ₃ O ₈	68,81	19,40	-	11,79	-
vápenatý	CaAl ₂ Si ₂ O ₈	43,28	36,62	-	-	20,10

Tab. 7. Teoretické chemické složení základních živců [7]



Obr. 13. Tuhé roztoky živců (šrafy-oblast nemísitelnosti) [2]

Z keramického hlediska jsou nejdůležitější živce alkalické pro své chování za teplot okolo bodu tání. Polymorfni přeměny jsou zde méně důležité, neboť alkalické živce přecházejí vždy v taveninu, resp. po ochlazení ve sklo. **Taveniny vzniklé ze živců** mají i při vysokých teplotách **velkou viskozitu** (viz příklad na obr.14). Ta způsobuje, že **výrobky** ze hmot, ve kterých je cca 40% živce (především draselný), **se nedeformují**. Čím vyšší je obsah K_2O , tím viskóznější je tavenina a tím větší je pevnost hmoty po výpalu. [2], [7], [8]



Jak je patrné, draselný živec taje při 1150°C , kdy se rozkládá na leucit a taveninu s vysokou viskozitou – důsledkem je poměrně pomalé tání živce a ještě pomalejší tvorba leucitu. Teplota likvidu je 1530°C . Tavenina se vzhledem k viskozitě snadno přechlazuje na sklo, které měkne zhruba při 950°C . Krystalizační schopnost taveniny v oblasti teplot, kdy je stabilní živec, je tak malá, že ani velmi dlouhou tepelnou expozicí (řád. roky) nelze dosáhnout úplné krystalizace.

Obr.14. Fázový diagram soustavy leucit- SiO_2 [2]

Živec	Chemický vzorec	Teplota (°C)	Změna objemu (%)
draselný - orthoklas	$K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$	1150-1260	8,6
sodný - albit	$Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$	1120-1200	10,6
vápenatý - anorthit	$CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$	1552	3,2

Tab.8. Teploty tavení živců [1]

Alkalické živce se používají především v jemné keramice, kde mají **funkci taviva**, ve směsích pro porcelán, sanitární keramiku a obkládačky bývají zastoupeny 10-50 %. Funkci taviva mají živce také v glazurách, ve sklářství jsou zdrojem Al_2O_3 a alkalických kovů. V zahraničí se místo živců často používají nefelinové syenity. [2]

Většina živců se v přírodě vyskytuje v jemnozrnných a středně zrnitých horninách, ze kterých **nelze získat pro keramický průmysl dostatečně čistou surovinu**. Význam proto mají pouze takové přírodní akumulace, kde se živec vyskytuje ve velkých krystalech. Jsou to pegmatity nebo magmatické horniny bez minerálů obsahující železo, nebo takové akumulace, v nichž je živec vyčištěn přírodními chemickými nebo mechanickými procesy.

Základem klasifikace živců pro keramický průmysl je značení podle **ČSN 72 1310**, které vyjadřuje minimální obsah čistého živce Ž, převažující druh alkalického kationtu a obsah oxidu železitého. Dalšími důležitými parametry živců používaných v keramické technologii jsou poměr alkalických oxidů a obsah dalšího barvicího oxidu, tedy TiO_2 . [8]

Označení živce	Název živce	Obsah živce (hmotn. %)	Fe_2O_3 (hmotn. %)	Poměr $K_2O/\Sigma(K_2O, Na_2O)$	TiO_2 (hmotn. %)
Ž75K 15	draselný	>75	0,15	0,75 - 1	0,1
Ž85KNa 15	draselno-sodný	>85	0,15	0,75 - 1	0,1
Ž65NaK 40	sodno-draselný	>65	0,40	0,40 - 0,60	0,2
Ž85NaCa 25	sodno-vápenatý	>85	0,25	0,16 - 0,63*	0,1

Poznámka: * $CaO/(CaO + Na_2O + K_2O)$

Tab. 9. Příklady značení živců podle ČSN 72 1310 [8]

Druh živce	Obsah alkálií min. (%)	Obsah Fe_2O_3 max. (%)	Obsah TiO_2 max. (%)	Ztráta žiháním (%)
Glazurový živec	10-13	0,15-0,25	0,1	0,5
Živec	8-10	0,40-0,70	0,1	0,6-0,8
Živcový pegmatit	6-8	0,40-1,00	0,2	1,0-1,3

Tab. 10. Praktické vlastnosti živců [1]

3.5 Teorie zkoušek použitých při experimentu

Tato kapitola slouží jako podklad k experimentální části, kde jsou u jednotlivých zkoušek uvedeny jen stručné postupy, podmínky měření a naměřené hodnoty. Z mnoha níže jmenovaných metod pro určování daných veličin jsou z praktických důvodů podrobněji popsány pouze ty, jejichž obdoby byly reálně použity při experimentu.

3.5.1 Měření objemové hmotnosti, zdánlivé pórovitosti a nasákavosti

Objemová hmotnost (OH) je definována jako hmotnost vysušeného vzorku, dělená jeho objemem, včetně uzavřených a otevřených pórů a dutin. Počítá se podle vztahu:

$$OH = \frac{m_s}{V_a} [kg \cdot m^{-3}] [g \cdot cm^{-3}] \quad (4)$$

kde m_s je hmotnost suchého vzorku $[kg]$, V_a je celkový objem $[m^{-3}]$.

Objem se stanovuje **několika způsoby**:

- a) **vážením vzorku v kapalině a na vzduchu**,
- b) pyknometrickou metodou,
- c) vážením ve rtuti,
- d) vážením v písku.

Stanovení se provádí buď na tvarových výrobcích, nebo zrněných materiálech. U tvarových výrobků se používají tělíska objemu od 50 do 250 cm^3 . U zrnitých materiálů se odebere průměrný vzorek a připraví se frakce 1 až 4 mm. Velikost vzorku je u stejnorodých materiálů nejméně 600g, u materiálů nesterodných nejméně 1500g. [11]

Vážení vzorku v kapalině a na vzduchu

Objem vzorku se zjišťuje vážením vzorků nasycených kapalinou na vzduchu a v kapalině. Pro tvarové výrobky lze použít i jinou kapalinu než vodu, jestliže se zkoušené materiály vodou porušují. Pro zrněné materiály není jiná kapalina vhodná.

Vzorky se sytí buď vakuovým způsobem, nebo varem. Hodnoty hmotnosti nasycených vzorků mají význam jak pro výpočet OH, tak pro stanovení nasákavosti, zdánlivé hustoty a zdánlivé pórovitosti.

Při *vakuovém způsobu* syčení jsou vzorky ve vakuovém exsikátoru, z kterého se čerpá vzduch až po dosažení vakua 133 Pa. Do nádoby se vzorky se pak nasaje destilovaná voda a po zrušení vakua se póry nechají ještě dosytit vodou stáním 24 h. Viz ČSN EN 632-2.

Při *sycení varem* se vaří vzorky po 2 h a opět se nechají stát a dosytit. Nasycené vzorky se zváží nejprve na hydrostatických vahách pod vodou o teplotě 20 °C.

Po odstranění povrchové vody se vzorky zváží na vzduchu.

Objemová hmotnost se pak vypočítá :

$$OH = \frac{m_s}{m_n - m_n'} \cdot \rho_v [kg \cdot m^{-3}] [g \cdot cm^{-3}] \quad (5)$$

kde m_s je hmotnost suchého vzorku [kg], m_n hm. mokrého vzorku váženého v kapalině [kg], m_n' hmotnost nasyceného vzorku váženého na vzduchu a ρ hustota kapaliny. [11]

Dalšími důležitými ukazateli jakosti keramických výrobků kromě OH jsou *nasákavost* a *zdánlivá pórovitost*. Podle stanovených hodnot těchto vlastností lze usuzovat na množství otevřených a uzavřených pórů, jejichž druh různě ovlivňuje vlastnosti výrobku. Postupy uvádí norma ČSN 72 5010. Principy výpočtu platí jak pro tvarové, tak pro zrněné materiály.

Nasákavost (NV) je poměr hmotnosti vody pohlcené zkušebním vzorkem k hmotnosti vysušeného zkušebního vzorku. Vyjadřuje se v % hmotnosti vysušeného vzorku:

$$NV = \frac{m_n - m_s}{m_s} \cdot \frac{100}{\rho_n} [\%] \quad (6)$$

kde m_n [g] je hmotnost vzorku nasyceného kapalinou, m_s [g] hmotnost suchého vzorku, ρ_n [g · cm⁻³] hustota kapaliny použité k nasycení vzorku a ρ_v [g · cm⁻³] hustota pomocné kapaliny použité k vážení.

Nasákavost **představuje množství otevřených pórů**. Má-li se proto stanovit nasákavost glazovaných výrobků, je třeba předem glazuru z jejich povrchu obrousit.

V keramice může být také ukazatelem slinutosti střepu, kdy se teplotou slinutí rozumí teplota, při které střep dosáhne hodnoty pod 1% (zdravotní keramika). Naopak porézní výrobky mají stanoven určitý interval nasákavosti, ve kterém se musí hodnoty pohybovat. Je to např. šamot, dinas, obkládačky apod. [11]

Zdánlivá pórovitost (PZ) je poměr objemu otevřených pórů a dutin vzorku k jeho celkovému objemu včetně všech pórů a dutin. Vyjadřuje se v procentech objemu vzorku:

$$PZ = \frac{V_0}{V_a} \cdot 100 = \frac{m_n - m_s}{m_n - m_n'} \cdot \frac{\rho_v}{\rho_n} [\%] \quad (7)$$

kde $m_n[g]$ je hmotnost vzorku nasyceného kapalinou, $m_s[g]$ hmotnost suchého vzorku, $m_n'[g]$ hmotnost nasyceného vzorku váženého v kapalině, $\rho_n[g \cdot cm^{-3}]$ hustota kapaliny použité k nasycení vzorku, $\rho_v[g \cdot cm^{-3}]$ hustota pomocné kapaliny použité k vážení, $V_0[cm^3]$ objem otevřených pórů a $V_a[cm^3]$ celkový objem.

Zdánlivá pórovitost poskytuje stejné informace o vlastnostech střepeu jako nasákavost, avšak objektivněji. Údaje zdánlivé pórovitosti nejsou ovlivňovány hustotou střepeu jako u nasákavosti. [11]

3.5.2 Pevnost v tlaku keramických materiálů

V případě mechanických vlastností keramických materiálů je třeba počítat s odlišným chováním ve srovnání s kovy, neboť se **za normální teploty chovají jako křehké**. Tzn., že se deformují víceméně pouze pružně a až po překročení mezního napětí se těleso náhle poruší - nastane křehký lom. Proto je pro charakteristiku těchto materiálů důležitá **mez pevnosti**, definovaná jako:

$$\sigma_p = \frac{F}{S} [MPa] \quad (8)$$

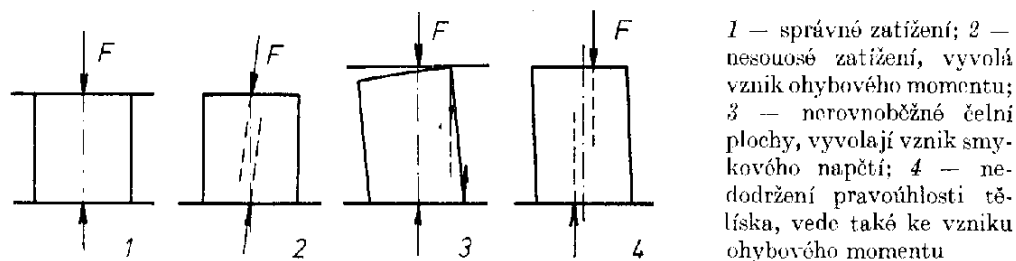
kde $\sigma_p [MPa]$ je působící napětí, $F [N]$ síla, při které se poruší zkušební těleso a $S [mm^2]$ střední průřez zkušební tělesa před zkouškou.

Počátek a rozvoj křehkého lomu nejsou jednoduché děje a jejich průběh se liší nejen u různých materiálů, ale i u jednoho materiálu podle jeho mikrostruktury, způsobu vytváření, tvaru zkušebních těles a druhu přiloženého napětí, teploty nebo charakteru prostředí. V některých případech, zvláště při vyšších teplotách, silně závisí i na rychlosti zatěžování.

Zkušební metody jsou pro jednotlivé materiály převážně stanoveny příslušnými normami. Zkouší se buď vzorky předepsaných rozměrů nebo hotové výrobky. Stanovená pevnost musí být průměrnou hodnotou z určitého souboru, jenž má stanoveny určité meze kolísání hodnot (ty se nesmí překročit, jinak se takové hodnoty musí vyloučit a nahradit dvojnásobným počtem dalších hodnot).

Pevnost v tlaku je definována jako **poměr nejvyšší dosažené síly** potřebné k porušení zkušebního tělesa při namáhání tlakem a **počátečního průřezu** tělesa.

Přestože jde o jednoduchou metodu, je třeba věnovat velkou pozornost **uspořádání zkoušky a přípravě zkušebních těles**:



Obr. 15. Schéma zatížení zkušebního tělesa při stanovení pevnosti v tlaku [11]

Při nesouosém zatěžování tělesa zkušebního nebo jeho nesprávném tvaru vznikají ohybové momenty či smyková napětí, která jsou příčinou snížení pevnosti (max. povolená odchylka je $0,5^\circ$). Podobný vliv má i přílišná drsnost čelních ploch nebo povrchové vady. Důsledkem je koncentrace napětí a lom při nižších hodnotách zatížení. Důležité je i dodržení poměru výšky k průměru ($0,8-1,3$). **Nedodržením** předepsaných **podmínek** může nastat **rozdíl** ve výsledku **až 50% a více**. Při pečlivém provedení zkoušky není rozptyl výsledků větší než 7-15%.

Při stanovení pevnosti keramických materiálů v tlaku se řídí **velikost zkušebních válečků předpokládanou pevností**. Do 500 MPa jsou to válečky s průměrem a výškou 28 mm, pro 500-1000 MPa je to 10 mm a nad 1000 MPa je průměr 6 mm a výška 10 mm. Pro zkušební tělesa s předpokládanou pevností nad 500 MPa se vkládají mezi tlakové desky zkušebního přístroje keramické podložky z pevnějšího materiálu, než je zkoušený (viz obr. 16).



Obr. 16. Schema uspořádání stanovení pevnosti v tlaku [11]

Při zkoušce je předepsáno **rovnoměrné zatěžování konstantní rychlostí 5% předpokládané pevnosti za sekundu**. [11]

3.5.3 Dilatometrická měření keramických materiálů

Dilatometrií rozumějme měření teplotní roztažnosti materiálu, tj. změn rozměrů tělesa se změnou teploty za stálého tlaku.

Přístroje k měření teplotní roztažnosti se nazývají dilatometry. Při měření se vychází **z několika základních metod** absolutních i relativních:

- *přímé měření pomocí optického odečítání délkových změn,*
- *interferometrická metoda,*
- *měření objemové roztažnosti,*
- *diferenční měření.*

V zásadě lze použít buď **statický nebo dynamický režim**. Při *statickém* měření se vzorek zahřívá nebo ochlazuje v určitém intervalu teplot a po dosažení žádané teploty se na ní udržuje tak dlouho, až indikační zařízení neukazuje žádnou měřitelnou změnu. Obvykle to znamená výdrž kolem 30 minut. Potom se teprve odečte prodloužení, z něhož se počítá součinitel teplotní roztažnosti v daném intervalu. Při *dynamickém* způsobu měření se postupuje obvykle od teploty místnosti (nebo jiné výchozí teploty) předepsanou rychlostí a průběžně se registruje teplota a prodloužení. (Tento způsob je také použit v experimentu.)

Přesnost měření – přístroje musí vykazovat vysokou citlivost a dostatečnou přesnost při měření prodloužení. Musí mít schopnost registrovat relativní prodloužení v řádu $10^{-5} \div 10^{-6}$ délky vzorku i při použití vzorků menších rozměrů.

Rovnoměrné rozdělení teploty v celém vzorku a možnost přesně změřit teplotu musí být zaručeny během měření. K zahřívání vzorku se používá obvykle elektrická trubková pec, teplotní gradient podél vzorku nemá převyšovat 5 °C, někdy se požadují jen 2 °C. Teplota se měří obvykle termočlánky, jejichž spoje se dotýkají vzorku. Termočlánek se umísťuje do středu vzorku nebo do místa, jehož teplota se shoduje s průměrnou teplotou podél vzorku. Hlava přenosového mechanismu dilatometru a přilehlé kovové součásti přístroje, které přímo ovlivňují výsledky, se mají udržovat na teplotě místnosti.

Vliv tlaku měřicího zařízení – téměř u všech diferenčních dilatometrů. Nelze jimi měřit vzorky o malých průřezích (např. vlákna).

Vzorky se používají buď kruhového nebo čtvercového průřezu, délka se pohybuje asi od 20 do 120 mm. U kratších vzorků se snižuje citlivost měření, u delších jsou problémy s udržením konstantní teploty po celé délce. Co se týče průřezu, malé vzorky jsou vystaveny tlaku měřicího zařízení, velké se zase hůře prohřívají.

Kalibrace dilatometrů se provádí za použití standardu o známé teplotní roztažnosti (větš. Pt), rozměrů podobných vzorkům.

Vyhodnocení výsledků:

- **dilatační křivka** sestavená z experimentálních údajů, vyjadřuje závislost prodloužení na teplotě;
- *pravý součinitel teplotní roztažnosti;*
- *střední součinitel teplotní roztažnosti.*

U keramických materiálů a žáruvzdornin se při sledování délkových změn používá jak dynamický, tak i statický režim zahřívání. Oba postupy je možno kombinovat, celkový pracovní režim zkoušky se pak volí podle typu výrobku a je obvykle předepsán normou.

Z dilatometrických měření se vyhodnocují obvykle součinitel teplotní roztažnosti a poměrná délková teplotní roztažnost. Podmínky měření a způsoby těchto veličin ze získaných parametrů jsou dány normou, obvykle pro jednotlivé materiály.

Dále se určují tzv. trvalé délkové změny. Jsou to změny lineárních rozměrů, vyplývající ze změn textury a modifikační či chemické přeměny složek přítomných v materiálu a probíhající při zahřívání. Jsou doprovázeny objemovou změnou a vyjadřují se v procentech původních rozměrů. Mohou být buď kladné (nárůst) nebo záporné (smrštění). Dochází k nim buď při sušení nebo při pálení výrobků (stanovení viz ČSN 72 1073). Dodatečné změny rozměrů se určují ze změny OH zkušebních těles.

U keramických materiálů a zejména u žáruvzdornin se měří často do vysokých teplot. V těchto případech je nutné použít dilatometry z jiných materiálů než z křemenného skla (SiC, korund, safír, grafit, Mo, W..) či se využívá především přímého měření délky pomocí optického odečítání. Vzhledem k dobré přesnosti, možnosti měřit do vysokých teplot a za použití různých atmosfér je tato metoda zvlášť vhodná pro žáruvzdorniny.

Využití dilatometrických měření u keramických materiálů a žáruvzdornin je mnohostranné. Z výsledků dilatometrie jsme schopni určit např. odolnost materiálu proti náhlým změnám teploty, tzv. limitní křivku výpalu (maximální přípustná rychlost zahřívání keramického výrobku), sledovat kinetiku a mechanismus slinování či kontrolovat správné složení materiálu (viz známé fázové přeměny) a další. [11]

4. Experimentální část

Myšlenkou této práce (jak je naznačeno v úvodu) je snížit energetickou náročnost výroby součástí z kordieritových hmot, prostřednictvím snížení vypalovací teploty a rozšíření slinovacího intervalu za pomoci přídavku živců do základní kordieritové hmoty. Cílem je pak zaměřit za pomoci zkoušek vybraných vhodných parametrů z více druhů různých směsí jednu či několik směsí s optimálními vlastnostmi.

4.1 Použité suroviny a jejich vlastnosti

Pro výrobu směsí byly použity tyto **základní suroviny**:

Základní kordieritová hmota C 520

Výrobce:	SGAC Turnov		
Chemické složení:	SiO ₂	48,10%	± 2,5%
	Al ₂ O ₃	33,50%	± 2,0 %
	MgO	9,05%	±1,0%
	K ₂ O	0,95%	±0,5%
	Fe ₂ O ₃	1,55%	±0,5%
	TiO ₂	0,71%	
	Na ₂ O	0,06%	

Vlastnosti: objemová hmotnost 1,9-2,0 g·cm⁻³; otevřená pórovitost cca 20 %obj.; pevnost v ohybu 25-30 MPa; tepelná vodivost (20-100 °C) 1,3-1,8 W·m⁻¹·K⁻¹; ztráta žíháním 5,70 %; sypaná hmotnost 1045 g·cm⁻³. Odpovídá specifikaci dle IEC 672 (DIN VDE 03 35) a ČSN EN 60 672 -3. Viz Příloha 1.

Kordieritová hmota s přídavkem grafitu C 520 CB (carbon)

Výrobce:	SGAC Turnov		
Chemické složení:	SiO ₂	48,10%	
	Al ₂ O ₃	33,50%	
	MgO	9,05%	
	K ₂ O	0,95%	
	Fe ₂ O ₃	1,55%	
	TiO ₂	0,71%	
	Na ₂ O	0,06%	
	C	0,85%	

Vlastnosti: Základní hmota upravená přídavkem grafitu a lisovacích olejů.

Živec Ž80NaCa40

Výrobce: LB Minerals, a.s. (LASSELSBERGER Holding Int.)

Chemické složení: SiO₂ 65,3%
Al₂O₃ 21,6%
MgO 0,08%
K₂O 0,81%
Fe₂O₃ 0,31%
TiO₂ 0,03%
Na₂O 7,32%
CaO 4%

Vlastnosti: sodno-vápenatý živec, obsah živcoviny min. 80%; ztráta žíháním 0,5%;

Živec Ž75K13

Výrobce: LB Minerals, a.s. (LASSELSBERGER Holding Int.)

Chemické složení: SiO₂ 69,4%
Al₂O₃ 16,1%
MgO 0,08%
K₂O 10,5%
Fe₂O₃ 0,13%
TiO₂ 0,05%
Na₂O 1,95%
CaO 0,35%

Vlastnosti: draselný živec, obsah živcoviny min. 75-85%; ztráta žíháním 0,2%;

Živec Ž55NaK60

Výrobce: LB Minerals, a.s. (LASSELSBERGER Holding Int.)

Chemické složení: SiO₂ 76,3%
Al₂O₃ 13,9%
MgO 0,08%
K₂O 4,1%
Fe₂O₃ 0,51%
TiO₂ 0,03%
Na₂O 4,2%
CaO 0,32%

Vlastnosti: sodno-draselný živec, obsah živcoviny min. 55-65%; ztráta žíháním 0,6%;

4.2 Použité směsi a jejich značení, příprava směsí

Po úvaze bylo připraveno **pět výchozích směsí**.

Směsi 1,2 a 3 jsou tvořeny základní kordieritovou hmotou C 520 s přísady jednotlivých živců, kde je předpoklad docílení požadovaných výsledků.

Směs 4 je základní hmota C 520 - pro porovnání vlastností a zhodnocení vlivu příměsí.

Směs 5 je kordieritová hmota C 520 CB, kterou tvoří základní hmota C 520, upravená přísadou grafitu a lisovacích olejů, jenž usnadňuje tvarování hmoty, především eliminuje zadírání lisovacích nástrojů. Tato směs byla vyvinuta na základě praktických zkušeností a je již úspěšně využívána ve výrobě. Do zkoušek byla zařazena také z důvodu porovnání vlastností.

U směsí 1,2,3 bylo navíc vytipováno **7 různých koncentrací příměsí-živce** (1,2,3,5,8,10 a 15 hmot.%), pro srovnání a posouzení optimálního množství příměsí. Celkem je tedy použito 21+2 směsí.

Rozdělení, chemické složení a zavedené značení je přehledně uvedeno v tabulce 11.

Stejně značení, logicky navazující, pak bylo použito na jednotlivé vzorky, viz kapitola 4.3.

Pro rychlou orientaci ve vzorcích, ale i v tabulkách naměřených hodnot pak bylo použito barevné značení: **Směs 1**, **Směs 2**, **Směs 3**, **Směs 4**, **Směs 5**.

V Příloze 2 je **uveden rovnovážný diagram** soustavy $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$, kde je na základě známého chemického složení **zanesena oblast, v níž se směsi pohybují**. Poskytuje tak představu o fázovém složení směsí a je podkladem pro pochopení mechanismů změn způsobených přísadami a následné vyhodnocení jejich účinků na jednotlivé zkoumané vlastnosti – viz kapitola 4.4.

4.2.1 Chemické složení modelových systémů

Směs 1	C520+Ž80NaCa40	Al ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	MgO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	TiO ₂ (%)	K ₂ O (%)	Na ₂ O (%)	C (%)
znač.	obs.příměsi [hm.%]	% jednotlivých složek							
1.1	1	33,38	48,27	8,96	1,54	0,70	0,95	0,13	0
1.2	2	33,26	48,44	8,87	1,53	0,70	0,95	0,21	0
1.3	3	33,14	48,62	8,78	1,51	0,69	0,95	0,28	0
1.5	5	32,91	48,96	8,60	1,49	0,68	0,94	0,42	0
1.8	8	32,55	49,48	8,33	1,45	0,66	0,94	0,64	0
1.10	10	32,31	49,82	8,15	1,43	0,64	0,94	0,79	0
1.15	15	31,72	50,68	7,70	1,36	0,61	0,93	1,15	0

Směs 2	C520+Ž75K13	Al ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	MgO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	TiO ₂ (%)	K ₂ O (%)	Na ₂ O (%)	C (%)
znač.	obs.příměsi [hm.%]	% jednotlivých složek							
2.1	1	33,33	48,31	8,96	1,54	0,70	1,05	0,08	0
2.2	2	33,15	48,53	8,87	1,52	0,70	1,14	0,10	0
2.3	3	32,98	48,74	8,78	1,51	0,69	1,24	0,12	0
2.5	5	32,63	49,17	8,60	1,48	0,68	1,43	0,15	0
2.8	8	32,11	49,80	8,33	1,44	0,66	1,71	0,21	0
2.10	10	31,76	50,23	8,15	1,41	0,64	1,91	0,25	0
2.15	15	30,89	51,30	7,70	1,34	0,61	2,38	0,34	0

Směs 3	C520+Ž55NaK60	Al ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	MgO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	TiO ₂ (%)	K ₂ O (%)	Na ₂ O (%)	C (%)
znač.	obs.příměsi [hm.%]	% jednotlivých složek							
3.1	1	33,30	48,38	8,96	1,54	0,70	0,98	0,10	0
3.2	2	33,11	48,66	8,87	1,53	0,70	1,01	0,14	0
3.3	3	32,91	48,95	8,78	1,52	0,69	1,04	0,18	0
3.5	5	32,52	49,51	8,60	1,50	0,68	1,11	0,27	0
3.8	8	31,93	50,36	8,33	1,47	0,66	1,20	0,39	0
3.10	10	31,54	50,92	8,15	1,45	0,64	1,27	0,47	0
3.15	15	30,56	52,33	7,70	1,39	0,61	1,42	0,68	0

Směs 4	C520	Al ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	MgO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	TiO ₂ (%)	K ₂ O (%)	Na ₂ O (%)	C (%)
znač.	obs.příměsi [hm.%]	% jednotlivých složek							
4	0	33,50	48,10	9,05	1,55	0,71	0,95	0,06	0

Směs 5	C520 CB	Al ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	MgO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	TiO ₂ (%)	K ₂ O (%)	Na ₂ O (%)	C (%)
znač.	obs.příměsí [hm.%]	% jednotlivých složek							
5	0	33,50	48,10	9,05	1,55	0,71	0,95	0,06	0,85

Tab.11. Použité směsi

46

4.2.2 Příprava směsí

Parametry: Směsi připravovány za sucha z práškových surovin, před a během přípravy vystaveny pouze vzdušné vlhkosti a následně skladovány v neprodyšném obalu až do zpracování.

Přístroje a pomůcky:

- digitální váha Scaltec; rozsah do 3100 g, přesnost 0,1 g
- laboratorní nádoby a pomůcky

Postup: Na laboratorních váhách se postupně navažovaly jednotlivé suroviny (živce a C 520), které se smísily v požadovaných množstvích, přičemž se vycházelo z celkové hmotnosti směsi 500g. Viz tab. 12.

Příklad postupu pro směs 1.1: 1% Ž80NaCa40 + 99% C 520. Celková hmotnost směsi má být 500g, tj. potřebujeme 5g živce a celkem 495g základní hmoty C 520.

- 1) Odvážit 5g živce a 5g C 520, nasypat do nádoby a důkladně protřepat (smísit). Hmotnost směsi je tedy 10g, koncentrace příměsí 50%.
- 2) Odvážit 10g C 520, přidat k předchozí směsi a smísit. Hmotnost směsi je nyní 20g, koncentrace 25%.
- 3) Analogicky přidávat odpovídající množství C 520, až dosaženo celkových 500g směsi. Ta má pak požadovanou koncentraci 1%.



Obr.18. Příprava směsí

47

Směs 1	C520+Ž80NaCa40	Celková hmotnost [g]	C 520 [g]	Ž80NaCa40 [g]
označení	obs.příměsí [hm.%]	množství jednotlivých surovin		
1.1	1	500	495	5
1.2	2	500	490	10
1.3	3	500	485	15
1.5	5	500	475	25
1.8	8	500	460	40
1.10	10	500	450	50
1.15	15	500	425	75

Směs 2	C520+Ž75K13	Celková hmotnost [g]	C 520 [g]	Ž75K13 [g]
označení	obs.příměsí [hm.%]	množství jednotlivých surovin		
2.1	1	500	495	5
2.2	2	500	490	10
2.3	3	500	485	15
2.5	5	500	475	25
2.8	8	500	460	40
2.10	10	500	450	50
2.15	15	500	425	75

Směs 3	C520+Ž55NaK60	Celková hmotnost [g]	C 520 [g]	Ž55NaK60 [g]
označení	obs.příměsí [hm.%]	množství jednotlivých surovin		
3.1	1	500	495	5
3.2	2	500	490	10
3.3	3	500	485	15

Směs 1 C 520+Ž80NaCa40	1%	2%	3%	5%	8%	10%	15%
vzorek č.1	1.1.1	1.2.1	1.3.1	1.5.1	1.8.1	1.10.1	1.15.1
vzorek č.2	1.1.2	1.2.2	1.3.2	1.5.2	1.8.2	1.10.2	1.15.2
vzorek č.3	1.1.3	1.2.3	1.3.3	1.5.3	1.8.3	1.10.3	1.15.3

Směs 2 C 520+Ž75K13	1%	2%	3%	5%	8%	10%	15%
vzorek č.1	2.1.1	2.2.1	2.3.1	2.5.1	2.8.1	2.10.1	2.15.1
vzorek č.2	2.1.2	2.2.2	2.3.2	2.5.2	2.8.2	2.10.2	2.15.2
vzorek č.3	2.1.3	2.2.3	2.3.3	2.5.3	2.8.3	2.10.3	2.15.3

Směs 3 C 520+Ž55NaK40	1%	2%	3%	5%	8%	10%	15%
vzorek č.1	3.1.1	3.2.1	3.3.1	3.5.1	3.8.1	3.10.1	3.15.1
vzorek č.2	3.1.2	3.2.2	3.3.2	3.5.2	3.8.2	3.10.2	3.15.2
vzorek č.3	3.1.3	3.2.3	3.3.3	3.5.3	3.8.3	3.10.3	3.15.3

Směs 4 C 520	0%
vzorek č.1	4.1
vzorek č.2	4.2
vzorek č.3	4.3

Směs 5 C 520 CB	0%
vzorek č.1	5.1
vzorek č.2	5.2
vzorek č.3	5.3

Tab. 13. Použité vzorky – značení

49

4.3.2 Lisování vzorků

Parametry: Lisovací tlak 100 MPa; lisování za sucha.

Přístroje a pomůcky:

- laboratorní lis STS-15; rozsah 70-160 MPa
- laboratorní pomůcky

Postup: Ze všech směsí bylo postupně nalisováno při automatickém lisovacím cyklu stroje po 3 vzorcích. Lisovací tlak 100 MPa byl určen dle povahy směsí tak, aby vzorky byly dostatečně upěchovány. Vzhledem k povaze směsí, které způsobovaly zadírání nástroje, muselo být toto odstraňováno promazáváním formy.

Poznámky: Výška vzorků byla proměnná díky rozdílnému zastoupení surovin. Další drobné nepřesnosti v rozměrech a tvaru mohly být zapříčiněny občasným kolísáním tlaku při lisování či znečištěním nástroje, je možno uvažovat i o nehomogenně při násypu směsi do formy.



Obr.20. Lisování vzorků

Vzorky pro dilatometrii byly vyrobeny zvlášť podle specifických požadavků zkušebního zařízení jako kruhové tablety o průměru 12,09 mm a výšce cca 3,5 - 5mm (viz násyp podle hmotnosti), tlakem 20 MPa (dán provozním tlakem lisovací matrice). Viz kapitola 4.4.2.

50

4.3.3 Vypalování vzorků

Parametry: Vypalovací teplota **1270°C**. Výdrž na teplotě 1 hod. Oxidační atmosféra. Průběh vypalování viz vypalovací křivka pece – Příloha 6.

Přístroje a pomůcky:

- elektrická muflová pec KO2, max.teplota 1700°C
- laboratorní pomůcky

Poznámky: Při vypalování nebyl zcela přesně dodržen teplotní gradient, což mohlo mít vliv na následné vlastnosti vypalovaných vzorků.

4.4 Zkoušky a měření

Účinky přídavku živců v základní hmotě C 520 byly hodnoceny prostřednictvím **objemové hmotnosti, nasákavosti, zdánlivé**

pórovitosti, mechanické pevnosti a rozměrových změn během/po tepelném zpracování.

Objemová hmotnost je jednou ze základních veličin, definujících keramické materiály, neboť na rozdíl od běžné hustoty (měrné hmotnosti) v sobě zahrnuje informaci o pórech. (Póry jsou nedílnou součástí všech keramických materiálů. Ovlivňují především mechanickou pevnost, odolnost proti náhlým změnám teploty a proti korozi, dielektrické vlastnosti a další. Záleží nejen na množství, ale i na velikosti a rozdělení.)

Nasákavost a zdánlivá pórovitost pak blíže poukazují na množství otevřených a uzavřených pórů, jejichž druh různě ovlivňuje vlastnosti výrobku. Tyto veličiny mohou být i ukazatelem slinutosti střepe.

Změny rozměrů v průběhu tepelného zpracování byly hodnoceny prostřednictvím dilatometrických měření. Pro posouzení konečných změn bylo vypočítáno smrštění. Rozměrová a tvarová stabilita výrobků je důležitou vlastností nejen u materiálů určených pro vysoké teploty.

Pevnost je pak hlavním kritériem pro použití všech konstrukčních materiálů. Vzhledem k tvaru zkušebních vzorků byla pro určení pevnosti zvolena zkouška tlakem.

51

4.4.1 Stanovení objemové hmotnosti, nasákavosti a zdánlivé pórovitosti

Parametry: Teplota vzduchu 25 °C, teplota pomocné kapaliny (voda) 21 °C.

Přístroje a pomůcky:

- analytické váhy Mettler Toledo AG204; rozsah 10 mg – 210 g, přesnost 0,1 mg
- sada pro stanovení hustoty Mettler Toledo pro váhy AG/AT
- laboratorní pomůcky

Postup: Objemová hmotnost, nasákavost a zdánlivá pórovitost byly vypočítány z údajů získaných vážením vzorků na vzduchu a v kapalině známé hustoty (voda) přístrojem Mettler, dle ČSN EN 632-2, resp. ČSN 72 5010 (teorie k měření viz kap. 3.5.1).



Obr.21. Stanovení OH, NV a PZ

Poznámky: Vzhledem k určování hmotností na 3 desetinná místa bylo pro zvýšení přesnosti při měření počítáno s teplotou pomocné kapaliny a vztlakem vzduchu při vážení na vzduchu, jak doporučuje výrobce. Jmenovaná opatření provádí zkušební zařízení automaticky.

52

Vypočtené hodnoty:

Směs 1	C520+Ž80NaCa40	Objemová hmotnost OH	Nasákavost NV	Zdánlivá pórovitost PZ
označení	obs.příměsí [hm.%]	[g/cm3]	[%]	[%]
1.1	1	2,286	8,50	19,43
1.2	2	2,288	8,40	19,22
1.3	3	2,279	8,83	20,13
1.5	5	2,271	9,00	20,44
1.8	8	2,262	7,63	17,27
1.10	10	2,258	8,20	18,52
1.15	15	2,245	6,73	15,11

Směs 2	C520+Ž75K13	Objemová hmotnost OH	Nasákavost NV	Zdánlivá pórovitost PZ
označení	obs.příměsí [hm.%]	[g/cm3]	[%]	[%]

2.1	1	2,288	8,26	18,91
2.2	2	2,285	8,11	18,52
2.3	3	2,276	8,22	18,70
2.5	5	2,283	8,08	18,44
2.8	8	2,279	7,85	17,89
2.10	10	2,274	6,54	14,87
2.15	15	2,267	6,883	15,603

Směs 3	C520+Ž55NaK60	Objemová hmotnost OH	Nasákavost NV	Zdánlivá pórovitost PZ
označení	obs.příměsí [hm.%]	[g/cm ³]	[%]	[%]
3.1	1	2,275	8,169	18,588
3.2	2	2,262	7,63	17,27
3.3	3	2,272	6,14	13,96
3.5	5	2,264	8,05	18,23
3.8	8	2,259	7,67	17,33
3.10	10	2,264	9,68	21,92
3.15	15	2,248	9,20	20,69

Směs 4	C520	Objemová hmotnost OH	Nasákavost NV	Zdánlivá pórovitost PZ
označení	obs.příměsí [hm.%]	[g/cm ³]	[%]	[%]
4	0	2,274	8,73	19,86

Směs 5	C520 CB	Objemová hmotnost OH	Nasákavost NV	Zdánlivá pórovitost PZ
označení	obs.příměsí [hm.%]	[g/cm ³]	[%]	[%]
5	0	2,259	9,03	20,41

Tab.14. Vypočtené průměrné hodnoty OH, NV a PZ

53

4.4.2 Dilatometrie a celkové smrštění

Parametry: Klasifikační teplota 1350°C; max.tepelný výkon 7°C/min; výdrž na teplotě 1 hod; přesnost 1%. Oxidační atmosféra.

Přístroje a pomůcky:

- elektrická muflová pec KO2;
- Microprocessor Schaevitz ATA 2001 Senso;
- posuvné měřítko; rozsah 150 mm; přesnost 0,02 mm;

Postup: **Dilatometrické měření** zahrnovalo sledování teplotní roztažnosti materiálu, tj. snímání změn rozměrů tělesa (kruhové tablety) průběžně se změnou teploty (tzv. dynamická metoda). Z těchto údajů, zavedených do tabulky bylo následně počítáno ještě smrštění a sestrojena dilatační křivka.

Pro určení celkového **smrštění** způsobeného tepelným zpracováním u pracovních, krychlových vzorků, se délkové změny jednotlivých rozměrů změřily posuvným měřítkem před a po tepelném zpracování a byly zaznamenány do tabulky, v níž se později vypočetly hodnoty smrštění v %.

Poznámky: Dilatometrie je metodika používaná pro stanovení koeficientu teplotní roztažnosti látek. V některých případech (jako je tento) je možné ji použít pro **identifikaci krystalických a nekrystalických fází vzorku** a příslušných pochodů. **Fázové přeměny** jsou totiž zpravidla doprovázeny změnou součinitele teplotní roztažnosti, jež se projeví právě na dilatační křivce – pokud se vyskytnou **změny objemu** v průběhu plynulého ohřevu či ochlazování vzorku, **na křivce** se to projeví **skokovým efektem**.

Výstup z dilatometrických měření – dilatační křivky:

Vzhledem k potřebnému rozlišení jsou křivky zařazeny na samostatných listech Přílohy 3. Níže uvedené teploty jsou z nich odečteny.

Významné teploty a popis probíhajících změn v časové posloupnosti:

- cca 700 °C (1.skok) – cristobalitová transformace; 1.smrštění, způsobené fázovou přeměnou;
- teplota počátku slinování (2.skok); odpovídá teplotě počátku 2. smrštění vlivem vytváření keramické vazby a vzniku nízkotavitelných a přechodových sloučenin (eutektik);
- puchnutí (3.skok); počátek puchnutí odpovídá teplotě ukončení smrštění, s rostoucí teplotou (přehřívání) hmota opět nabývá na objemu – teplota počátku puchnutí je tedy při výrobě limitující ;
- 1350 °C je tzv. klasifikační teplota pro kordieritové hmoty, výdrž 1 hod;

54

- cca 970-600 °C stabilizace fází
- chladnutí – postupný mírný nárůst objemu;

Teploty odečtené z dilatačních křivek:

Směs 1 C520+Ž80NaCa40	Teplota počátku slinování	Teplota ukončení slinování	Teplota počátku tečení	Teplota počátku puchnutí
označení směsi	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]
1.1	960	1246	1350	1350
1.2	1066	1220	1350	nepuchne

1.3	1026	1195	1350	nepuchne
1.5	1073	1333	1350	nepuchne
1.8	900	1230	1300	nepuchne
1.10	950	1240	1349	1349
1.15	940	1239	1346	1346
Směs 2 C520+Ž75K13	Teplota počátku slinování	Teplota ukončení slinování	Teplota počátku tečení	Teplota počátku puchnutí
označení	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]
2.1	1020	1312	1350	nepuchne
2.2	1053	1293	1306	nepuchne
2.3	1046	1283	1299	nepuchne
2.5	1026	1245	1273	nepuchne
2.8	-	-	-	nepuchne
2.10	999	1250	1313	nepuchne
2.15	979	1259	1349	nepuchne
Směs 3 C520+Ž55NaK60	Teplota počátku slinování	Teplota ukončení slinování	Teplota počátku tečení	Teplota počátku puchnutí
označení	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]
3.1	990	1245	1280	nepuchne
3.2	975	1205	1265	nepuchne
3.3	1035	1245-1260	1300	nepuchne
3.5	1025	1245	1300	nepuchne
3.8	1020	1240	1295	nepuchne
3.10	1005	1245	1270	nepuchne
3.15	934	1160-1205	1240	nepuchne
Směs 4 C520	Teplota počátku slinování	Teplota ukončení slinování	Teplota počátku tečení	Teplota počátku puchnutí
označení	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]
4	1006	1266	1299	nepuchne
Směs 5 C520 CB	Teplota počátku slinování	Teplota ukončení slinování	Teplota počátku tečení	Teplota počátku puchnutí
označení	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]
5	950	1190	1290	1290

Pozn.: Teploty směsi 2.8 nelze z dilatační křivky ani s minimální přesností určit.

Tab.15. Významné teploty jednotlivých směsí

55

Vypočtené hodnoty smrštění:

C520 + Ž80NaCa40	1.1		1.2		1.3		1.5		1.8		1.10		1.15	
vzorek.č	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]
1.x.1	4,19	5,46	4,19	5,88	4,19	5,47	4,19	5,56	4,19	5,34	4,19	5,23	4,19	4,32
1.x.2	4,19	5,86	4,19	5,78	4,19	5,41	4,19	5,36	4,19	4,90	4,19	5,00	4,19	5,28
1.x.3	4,19	5,70	4,19	5,48	4,19	5,38	4,19	4,63	4,13	5,53	4,19	4,98	4,25	5,50

průměrná hodnota	4,19	5,67	4,19	5,71	4,19	5,42	4,19	5,19	4,17	5,26	4,19	5,07	4,21	5,04
-------------------------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------

C520 + Ž75K13	2.1		2.2		2.3		2.5		2.8		2.10		2.15	
vzorek.č	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]
2.x.1	4,25	5,74	4,38	5,58	4,38	5,11	4,51	5,89	4,63	6,14	4,69	8,80	4,95	6,36
2.x.2	4,32	5,28	4,38	6,89	4,38	6,14	4,44	6,30	4,51	5,76	4,69	6,45	4,69	5,92
2.x.3	4,32	6,28	4,38	6,30	4,38	5,89	4,51	5,81	4,63	5,85	4,83	7,63	4,69	7,77
průměrná hodnota	4,29	5,76	4,38	6,26	4,38	5,72	4,48	6,00	4,59	5,92	4,74	7,63	4,78	6,69

C520 + Ž55NaK60	3.1		3.2		3.3		3.5		3.8		3.10		3.15	
vzorek.č	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]	Sd [%]	Sv [%]
3.x.1	4,32	5,63	4,19	5,21	4,25	6,86	4,32	5,88	4,25	5,59	4,38	5,63	4,44	5,43
3.x.2	4,32	5,37	4,25	5,59	4,19	7,44	4,32	5,17	4,25	5,57	4,32	5,33	4,38	5,90
3.x.3	4,32	5,58	4,19	5,68	4,25	5,73	4,25	5,44	4,25	5,63	4,32	5,46	4,44	5,59
průměrná hodnota	4,32	5,53	4,21	5,49	4,23	6,68	4,29	5,50	4,25	5,60	4,34	5,47	4,42	5,64

C520	4.1		4.2		4.3		prm.h.	
s [%] délka/výška	16,47	10,94	16,47	10,81	16,46	11,05	16,47	10,93

C520 CB	4.1		4.2		4.3		prm.h.	
s [%] délka/výška	16,42	11,32	16,42	11,42	16,42	11,26	16,42	11,33

Tab.16. Celkové smrštění vzorků; *sd*-smrštění délky, *sv*-smrštění výšky

Tendence smrštění v závislosti na přídavku živců jsou patrné z grafů obsažených v Příloze 7.

4.4.3 Pevnost v tlaku

Podmínky měření: Měření za normálních teplot, přesná teplota prostředí nezaznamenána. Podmínky tlakové zkoušky pro žáruvzdorné keramické materiály jsou předepsány ČSN a uvedeny v kap. 3.5.

Přístroje a pomůcky:

- hydraulický lis DP 1600kN, řízený počítačem; výrobce: Heckert;
- laboratorní pomůcky;

Postup: Měření pevnosti provedeno na Katedře materiálového inženýrství při VŠB v Ostravě. Postup tlakové zkoušky pro žáruvzdorné keramické materiály je dán ČSN a uveden v kap. 3.5. Záznamy tlakové zkoušky pro vybrané vzorky k nahlédnutí v Příloze 5.

Poznámky: Porovnávací graf, v němž jsou zaneseny hodnoty pevnosti v tlaku všech směsí, je pro úplnost zařazen v Příloze 4.

Vyhodnocení naměřených hodnot v souvislosti s ostatními veličinami viz kap. 4.5.1.

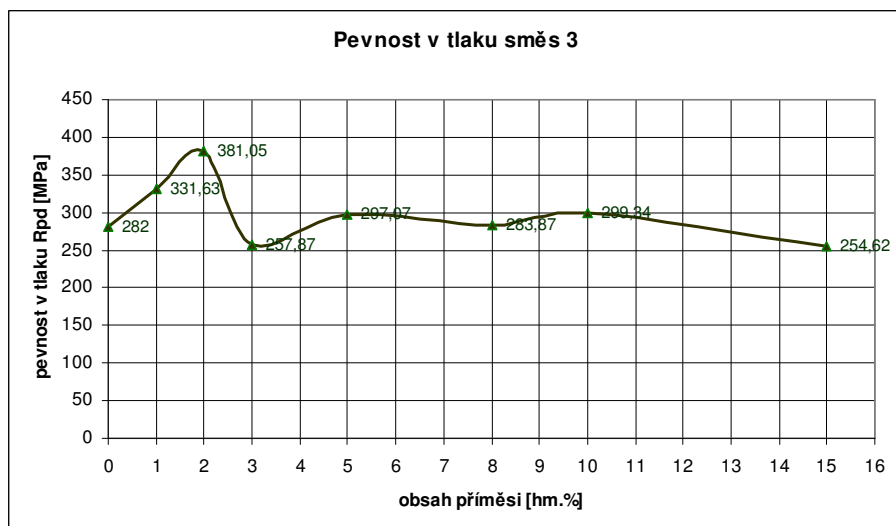
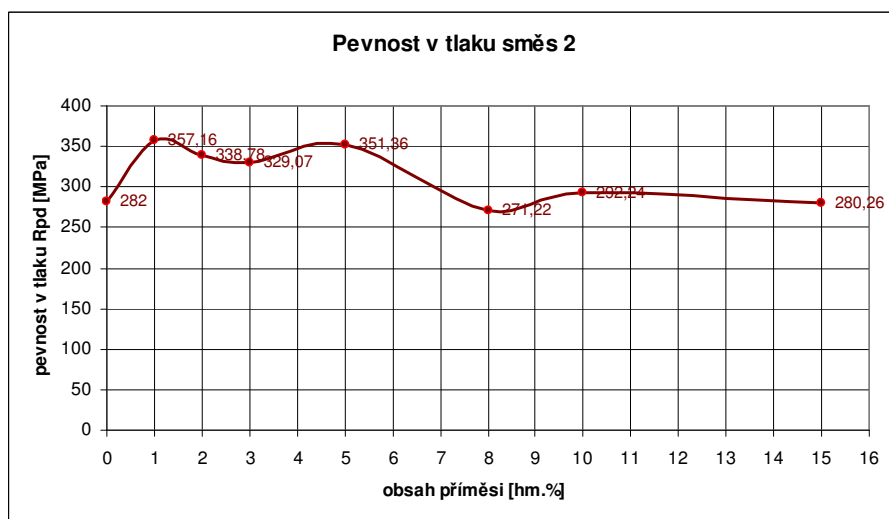
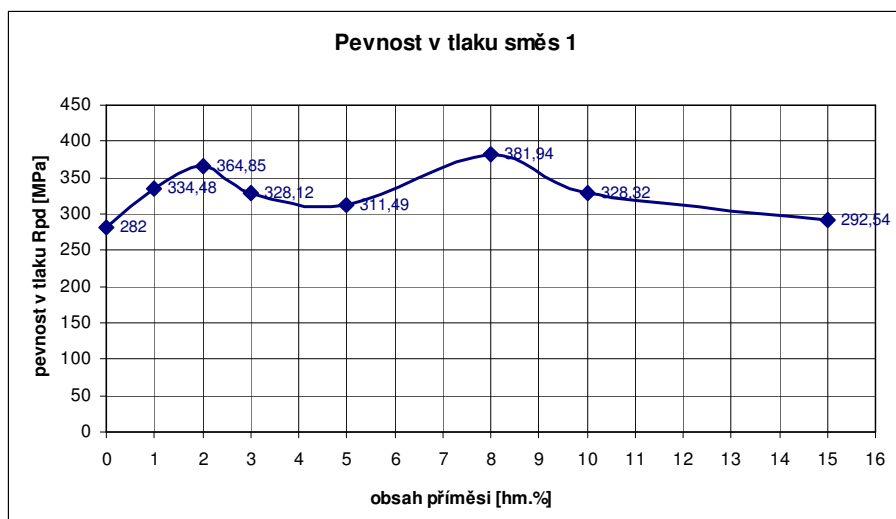
Naměřené hodnoty:

Tabulka obsahuje pouze průměrné hodnoty maximální pevnosti v tlaku. (Pro každou směs byly měřeny 3 vzorky, tj. 69 celkem, maximální hodnoty pevností pro každý z nich byly odečteny ze záznamů měřicího zařízení.)

Zjištěná průměrná hodnota pevnosti v tlaku hmoty C 520 je v tabulce i v grafech uváděna jako výchozí (porovnávací) parametr pro ostatní směsi.

směs	Směs 1 C520+Ž80NaCa40	Směs 2 C520+Ž75K13	Směs 3 C520+Ž55NaK60	Směs 4 C520	Směs 5 C520 CB
hm.% příměsí	Průměrná hodnota pevnosti v tlaku $R_{pd,max}$ [MPa]				
0	282,00	282,00	282,00	282,00	429,26
1	334,48	357,18	331,63	-	-
2	364,85	338,78	381,05	-	-
3	328,12	329,05	257,87	-	-
5	311,49	351,36	297,07	-	-
8	381,93	271,26	283,87	-	-
10	328,32	292,24	299,34	-	-
15	292,54	280,26	254,62	-	-

Tab.17. Průměrné hodnoty pevnosti v tlaku směsí 1-5



Obr.22. Průběhy pevnosti v tlaku směsí 1-3

4.5 Diskuse výsledků

4.5.1 Shrnutí a vyhodnocení výsledků měření

Směs 1 C520 + Ž80NaCa40	Obs.příměsi	Prm.max. pevnost v tlaku R_{max}	Průměrná objemová hmotnost	Nasákavost	Zdánlivá pórovitost	Průměrné smrštění výšky
označení	[hm%]	[MPa]	[g/cm³]	[%]	[%]	[%]
1.1	1	334,48	2,287	8,50	19,43	5,67
1.2	2	364,85	2,282	8,40	19,22	5,71
1.3	3	328,12	2,279	8,83	20,13	5,42
1.5	5	311,49	2,269	9,00	20,44	5,19
1.8	8	381,93	2,261	7,63	17,27	5,26
1.10	10	328,32	2,256	8,20	18,52	5,07
1.15	15	292,54	2,244	6,73	15,11	5,04
Směs 2 C520 + Ž75K13	Obs.příměsi	Prm.max. pevnost v tlaku R_{max}	Průměrná objemová hmotnost	Nasákavost	Zdánlivá pórovitost	Průměrné smrštění výšky
označení	[hm%]	[MPa]	[g/cm³]	[%]	[%]	[%]
2.1	1	357,17	2,289	8,26	18,91	5,77
2.2	2	338,78	2,284	8,11	18,52	6,26
2.3	3	329,05	2,275	8,22	18,70	5,72
2.5	5	351,36	2,283	8,08	18,44	6,00
2.8	8	271,22	2,280	7,85	17,89	5,92
2.10	10	292,24	2,274	6,54	14,87	7,63
2.15	15	280,26	2,266	6,883	15,60	6,67
Směs 3 C520 + Ž55NaK60	Obs.příměsi	Prm.max. pevnost v tlaku R_{max}	Průměrná objemová hmotnost	Nasákavost	Zdánlivá pórovitost	Průměrné smrštění výšky
označení	[hm%]	[MPa]	[g/cm³]	[%]	[%]	[%]
3.1	1	331,63	2,276	8,169	18,588	5,53
3.2	2	381,05	2,278	7,63	17,27	5,49
3.3	3	257,87	2,273	6,14	13,96	6,68
3.5	5	297,07	2,264	8,05	18,23	5,50
3.8	8	283,87	2,269	7,67	17,33	5,60
3.10	10	299,34	2,265	9,68	21,92	5,47
3.15	15	254,62	2,249	9,20	20,69	5,64
Směs 4 C520	Obs.příměsi	Prm.max. pevnost v tlaku R_{max}	Průměrná objemová hmotnost	Nasákavost	Zdánlivá pórovitost	Průměrné smrštění výšky
označení	[hm%]	[MPa]	[g/cm³]	[%]	[%]	[%]
4	0	282,29	2,270	8,73	19,86	5,58
Směs 5 C520 CB	Obs.příměsi	Prm.max. pevnost v tlaku R_{max}	Průměrná objemová hmotnost	Nasákavost	Zdánlivá pórovitost	Průměrné smrštění výšky
označení	[hm%]	[MPa]	[g/cm³]	[%]	[%]	[%]
5	0	429,26	2,260	9,03	20,41	5,41

Tab.18. Porovnání průměrných hodnot měření

V tab.18 jsou pro porovnání uvedeny průměrné hodnoty jednotlivých měřených veličin. Z nich, společně s náhledem do dilatačních křivek, lze usoudit na tendence změn, způsobených přidavkem jednotlivých živců, resp. grafitu do základní směsi.

Z pevnostního hlediska se jako nejvýhodnější projeví směsi 1.8, 2.1, 2.5, 3.2 a 5. S tím souvisí i změna objemové hmotnosti (OH), nasákavosti a zdánlivé pórovitosti.

Přidavkem všech zkoušených typů živců nad 10 hm.% se zhoršují mechanické vlastnosti výsledných produktů. Nejpravděpodobněji proto, že ve výrobku vzniká velké množství nízkotavitelných eutektik, jež vedou svým charakterem jednak ke snižování OH, a tím i k horším mechanickým vlastnostem. U směsi 3 jdou dokonce vlastnosti skokově dolů již od obsahu více jak 2 hm.% příměsí.

Hodnoty objemové hmotnosti vykazovaly po přidavku živců nárůst u všech směsí, kromě směsi 1.8. U směsi 1.8 se dá konstatovat, že přidavek sodnovápenatého živce způsobí v okolí 8 hm.% vznik vhodného poměru matrixu, tvořeného fázemi kordieritu, mullitu, cristobalitu a skelné fáze – systém je nejpravděpodobněji nastaven tak, že vznikající skelná fáze dobře propojí zrna mullitu (uděluje pevnost) a kordieritu s cristobalitem.

Hmota C 520 CB má nižší OH, což je způsobeno přidavkem uhlíkatých příměsí, které při výpalu vyhoří, čímž vzniknou póry. Avšak díky lepším lisovacím charakteristikám jsou jednotlivá zrna větší plochou ve vzájemném kontaktu, a tím dochází i k lepšímu slinutí výrobku, vzniku pevnějších vazeb, což má za následek zlepšení mechanických vlastností.

Z dilatačních křivek bylo možno vyčíst především mezní teploty, které mají význam z technologického hlediska. Teploty začátku a konce slinování podávají informaci o šíři slinovacího intervalu, teploty počátku tečení, příp. puchnutí zase o vhodné vypalovací teplotě pro daný materiál. Jednotlivé teploty jsou uvedeny v tab. 15.

Původně používaná vypalovací teplota (prakticky teplota ukončení slinování – při dalším zvýšení již mat. teče a ztrácí výrazně před. mechanické vlastnosti) pro základní kordieritovou hmotu C 520 byla 1280°C. Záměrem bylo tuto teplotu snížit odhadem o 10°C, čímž by bylo docíleno energetických úspor. Také měly být zjištěny případné teploty puchnutí materiálu, jehož je při výrobě třeba se vyvarovat.

Z výsledků dilatometrie plyne:

- směs 1 slinuje v rozmezí teplot 950-1270°C,
- u směsi 2 došlo ke snížení teploty konce slinování od 5 hm.% příměsí o 20°C, v rozmezí 1-5 hm.% příměsí naopak ke zvýšení o 15°C od zamýšlených 1270°C,

- u směsi 3 došlo ke snížení teploty konce slinování o 15°C oproti předpokladu,
- k puchnutí dochází pouze u směsí 1.1, 1.10 a 1.15, všechny ostatní směsi jsou pravděpodobně dobře propojeny.

Na začátku experimentu se předpokládala i možnost vzniku tzv. „**samoglazovatelnosti kordieritové hmoty**“, což znamená nasákavost pod 2%. Avšak u žádné z testovaných směsí k tomuto jevu nedošlo. Na základě výsledků měření výše uvedených veličin a dilatometrie lze vyslovit domněnku, že pro získání této vlastnosti by bylo nutno upravit poměry vstupních surovin již při výrobě základní kordieritové hmoty C 520, což by vedlo ke vzniku zcela nové lisovací hmoty.

4.5.2 Závěr

Z uskutečněných experimentů je možno vyslovit následující závěry:

Z používané žáruvzdorné hmoty C 520 lze přidavky živců vytvořit elektroizolační materiály, splňující svými vlastnostmi podmínky ČSN a zároveň zvýšit jejich mechanickou pevnost, aniž by byly nutné velké náklady na změny technologie přípravy hmoty. Jako nejvýhodnější se zde jeví draselné živce Ž75K13 do poměru 5 hm.%, a to zejména z hlediska zlepšení mechanických vlastností.

Směsi s přídavkem nad 10 hm.% živců se již projevují negativně. Pokles pevnosti, objemové hmotnosti a nasákavosti je způsoben přítomností zvýšeného obsahu skelných fází.

Z hlediska všech sledovaných veličin, tj. pevnosti, objemové hmotnosti, nasákavosti a zdánlivé pórovitosti, se jeví jako nejvýhodnější směsi 1.8, 2.1, 2.2, 2.3 a 3.2. Všechny tyto směsi jsou svými vlastnostmi téměř srovnatelné. Z hlediska výrobní aplikace je ovšem nejvýhodnější směs 1.8 o složení C 520 + 8 hm.% Ž80NaCa40 (viz obtížná homogenizace při výrobě směsi s přídavkem pouze 1 či 2 % příměsí).

Z experimentů lze odvodit, že se podařilo nejen snížit vypalovací teplotu oproti běžné výrobě, ale i výrazně rozšířit slinovací interval. Navíc byla zkrácena i doba výdrže z původních 2h na 1h a z výsledků zkoušek vlastností je patrné, že tato doba stačí na to, aby proběhly potřebné pochody a materiál nabyl požadovaných vlastností. Následně z toho plynou i zamýšlené úspory energií v průběhu vypalování hmot. To vše při stejných, či dokonce lepších především mechanických vlastnostech.

Lze tedy říci, že se podařilo splnit předpoklady, jimiž byla tato práce podmíněna.

5. Použitá literatura

- [1] Valenta,L: Keramická příručka;Silikátový svaz;prosinec 2007; ISBN 978-80-86821-46-7;
- [2] Hlaváč,J.: Základy technologie silikátů;SNTL;Praha 1981;
- [3] Staroň,J,Tomšů,F.: Žiaruvzdorné materiály;Alfa;Bratislava 1992; ISBN 80-05-01023-0;
- [4] Ptáček,L. a kol.: Nauka o materiálu II ;Akademické nakladatelství CERM;Brno 2002; ISBN 80-7204-248-3;
- [5] Kovář,P.: Kordieritová keramika-sledování vlastností a využití v průmyslu; <http://www.fce.vutbr.cz/veda/>; ze dne 15.12.2008
- [6] Skácel,V.,Fiedlerová,J.,Nejezchleb,K.: Keramické materiály a jejich použití v elektrotechnice; <http://www.t-ceram.com>; ze dne 17.12.2008
- [7] Hanykýř,V.;Kutzendörfer,J.: Technologie keramiky; Silikátový svaz; Praha 2008; ISBN 978-80-86821-48-1;
- [8] Hašková,E.: Technologie skla a keramiky II; skriptum VŠST v Liberci; Liberec 1983; ISBN 55 – 813 - 82;
- [9] www.lb-minerals.cz, www.epl.cz, www.silis.cz, www.vuk.cz, www.zarohmoty.cz, www.vschtl.cz/sil, www.imaterialy.cz, www.wikipedia.org, www.ceramics-silikaty.cz;
- [10] Fabrichnaya,O., Costa e Silva,A., Aldinger,F.: Assesment of thermodynamic functions in the MgO-Al₂O₃-SiO₂ system; Hanser (München), 2004; ISBN 0044-3093;
- [11] Šasek,L.a kol.: Laboratorní metody v oboru silikátů; SNTL; Praha 1981;
- [12] ČSN EN 60 672 -3 Keramické a skleněné izolační materiály- Část 3. Specifikace jednotlivých materiálů.; listopad 1997
- [13] ČSN EN 60 672 -3 Keramické a skleněné izolační materiály-

6. Seznam příloh

- Příloha 1 – Specifikace základní kordieritové hmoty C 520
- Příloha 2 – Použité směsi v RD soustavy $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$
- Příloha 3 – Dilatační křivky
- Příloha 4 - Porovnání pevností v tlaku
- Příloha 5 – Záznamy tlakové zkoušky
- Příloha 6 – Vypalovací křivka pece KO2
- Příloha 7 – Tendence smrštění

Příloha 1 – Specifikace základní kordieritové hmoty C 520

C 520 specifikace dle IEC 672 (DIN VDE 03 35) :

SiO ₂ 48,10%	± 2,5%
Al ₂ O ₃ 33,50%	± 2,0%
MgO 9,05%	±1,0%
K ₂ O 0,95%	±0,5%
Fe ₂ O ₃ 1,55%	±0,5%
TiO ₂ 0,71%	
Na ₂ O 0,06%	

ztráta žíháním 4 - 6 %;

sytná hmotnost 1020-1060 g · cm⁻³

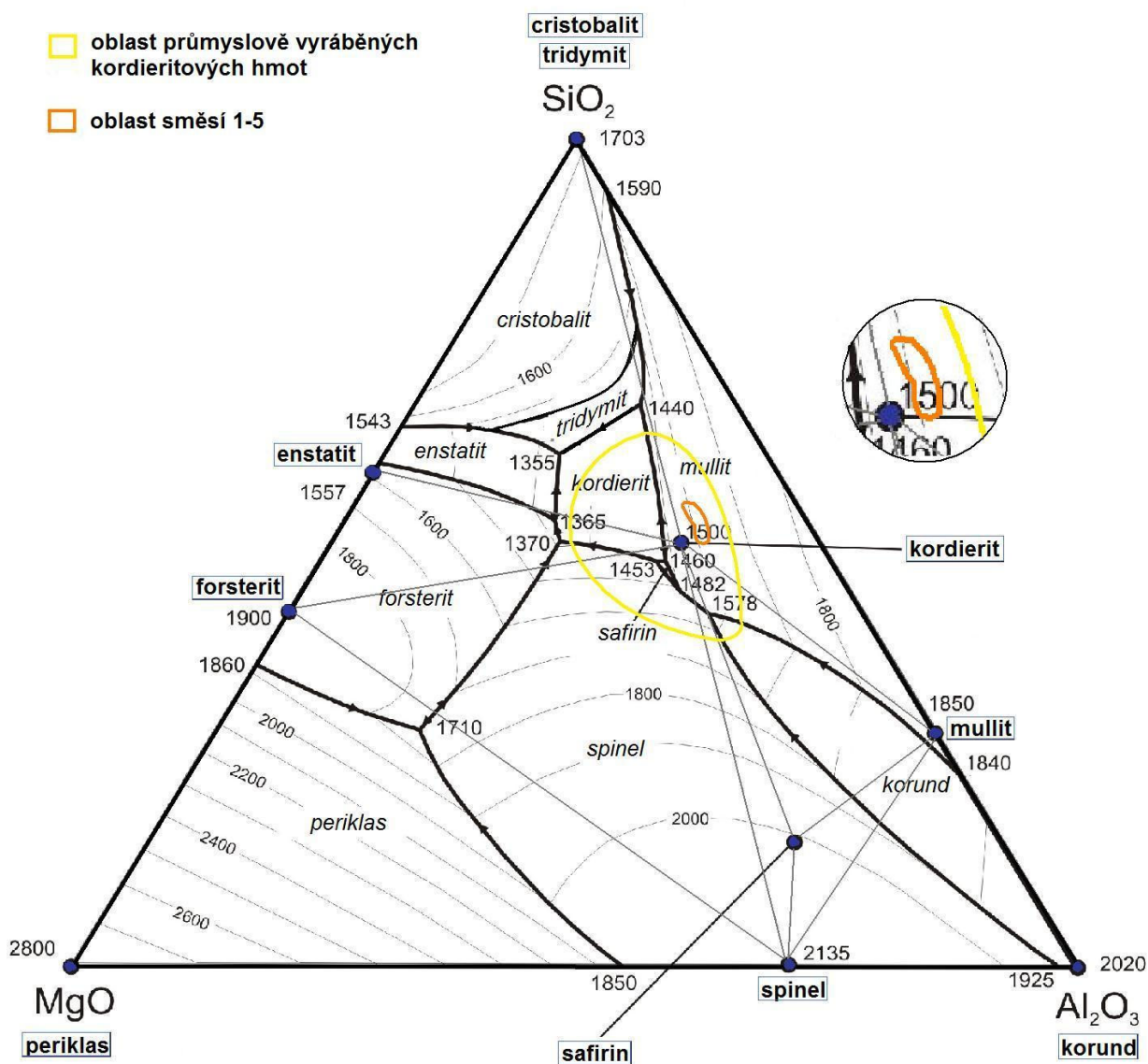
α 20-300 °C	1,91 10 ⁻⁶ K ⁻¹
α 20-600 °C	2,54 10 ⁻⁶ K ⁻¹

C 520 specifikace dle ČSN EN 60 672 -3 :

	C 500 porovitá hlinitokřemičitá a hořčnatá hlinitokřemičitá keramika				
Název, označení	C 510	C 511	C 512	C 520	C 530
	Hlinitokřemičité materiály	Hořčnato-hlinitokřemičité materiály		Cordieritové materiály	Hlinitokřemičité materiály
Otevřená pórovitost (obj.%)	30	20	40	20	30
Objemová hmotnost (g.cm ⁻³)	1,9	1,9	1,9	1,9	2,1
Pevnost v ohybu (MPa)	25	25	15	30	30
E (GPa)	-	-	-	40	-
α 30-1000 °C (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	3 - 5	3 - 6	3 - 5	1,5 do 3,5	3,5 - 5,0
Cp 30-1000 (J.kg.K ⁻¹)	750 do 850	750 – 850	750 - 900	750 - 900	800 - 900
λ 30 – 100 (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	1,2 do 1,7	1,3 – 1,8	1 – 1,5	1,3 – 1,8	1,4 – 2,0
Měrný vnitřní odpor ρ _{v,30} (Ωm)	10 ¹¹	10 ¹¹	10 ¹¹	10 ¹¹	10 ¹¹

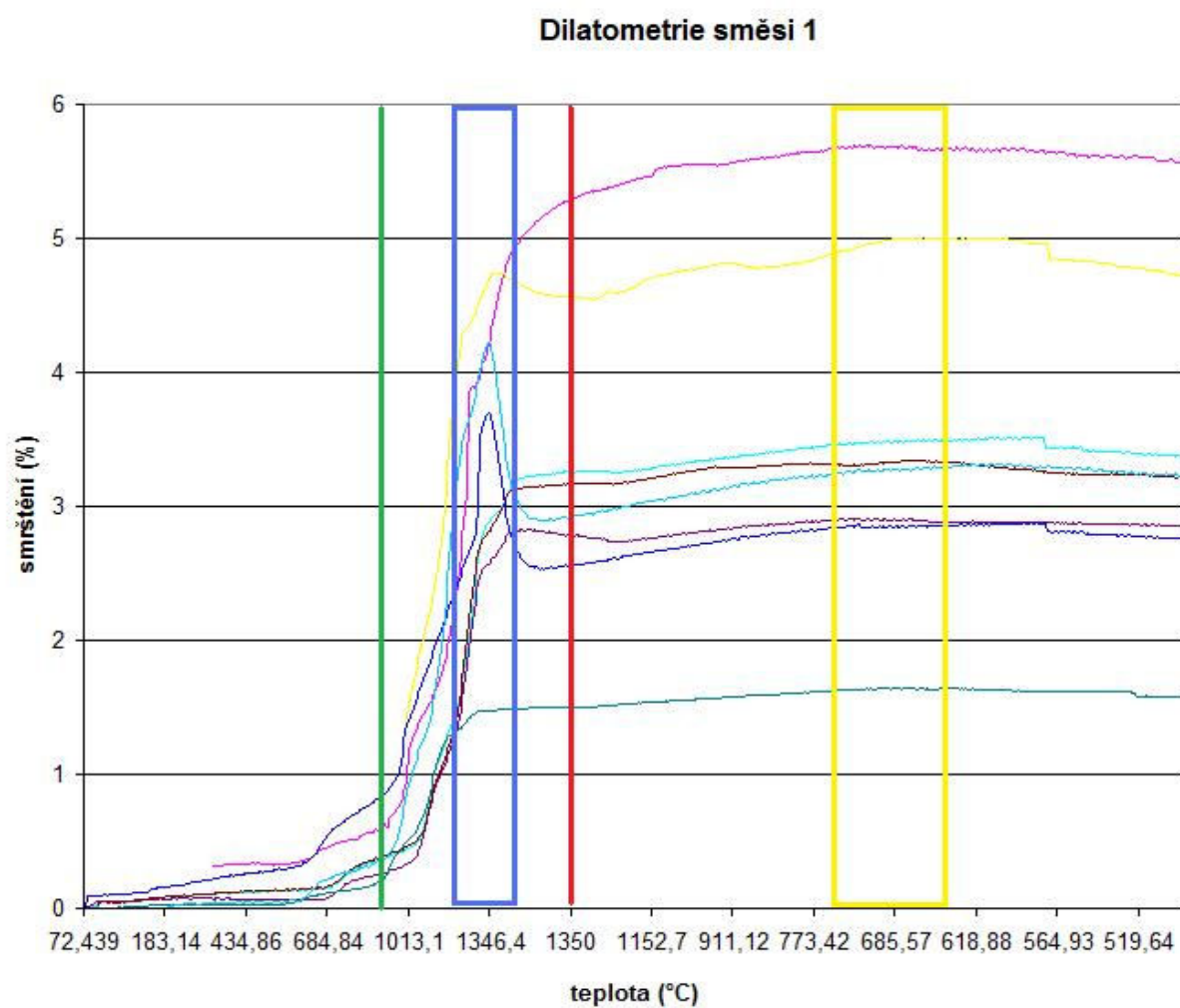
$T_{p0,01}$ (°C)	500	500	500	500	500
---------------------	-----	-----	-----	-----	-----

Příloha 2 – Použité směsi v RD soustavy MgO-Al₂O₃-SiO₂



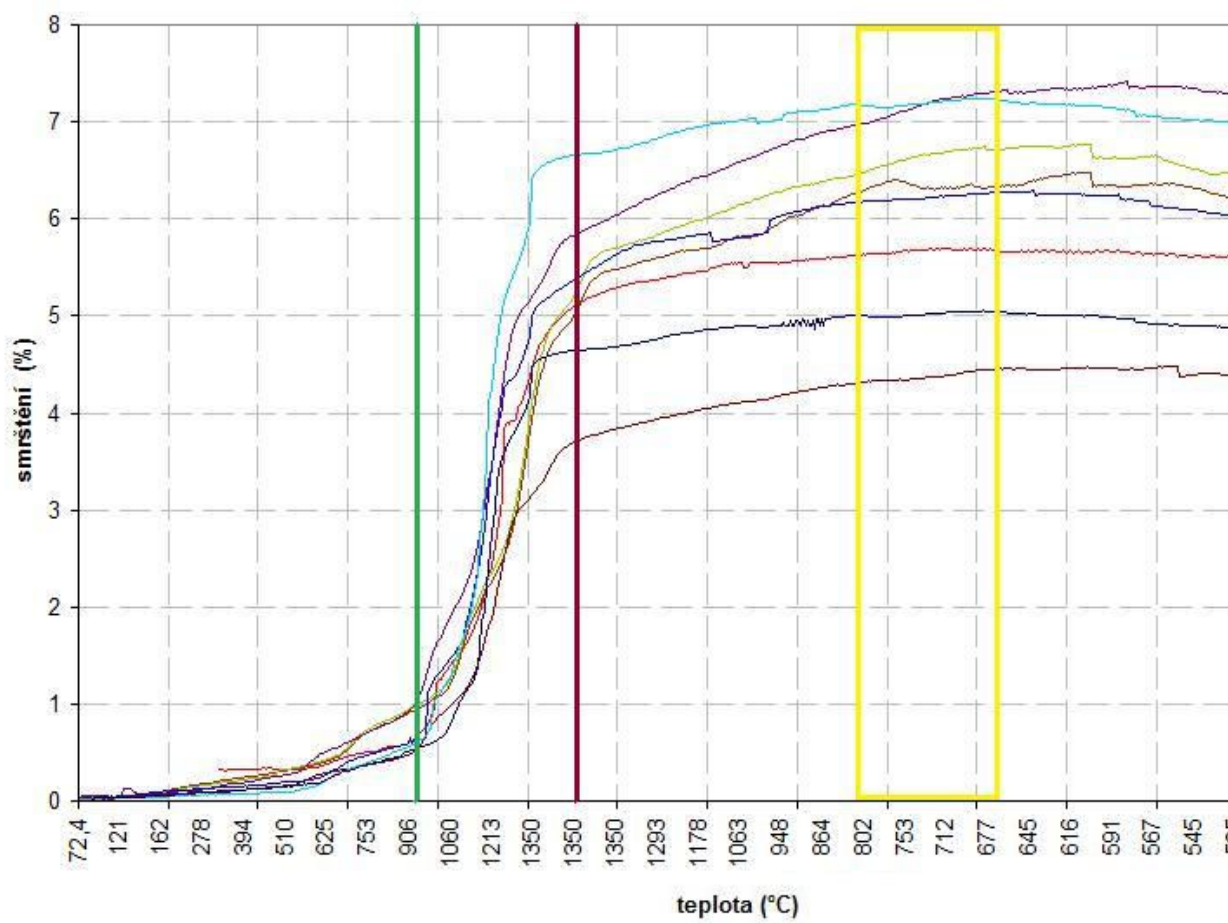
Příloha 3 – Dilatační křivky

Směs 1 + Směs 4 (C 520)



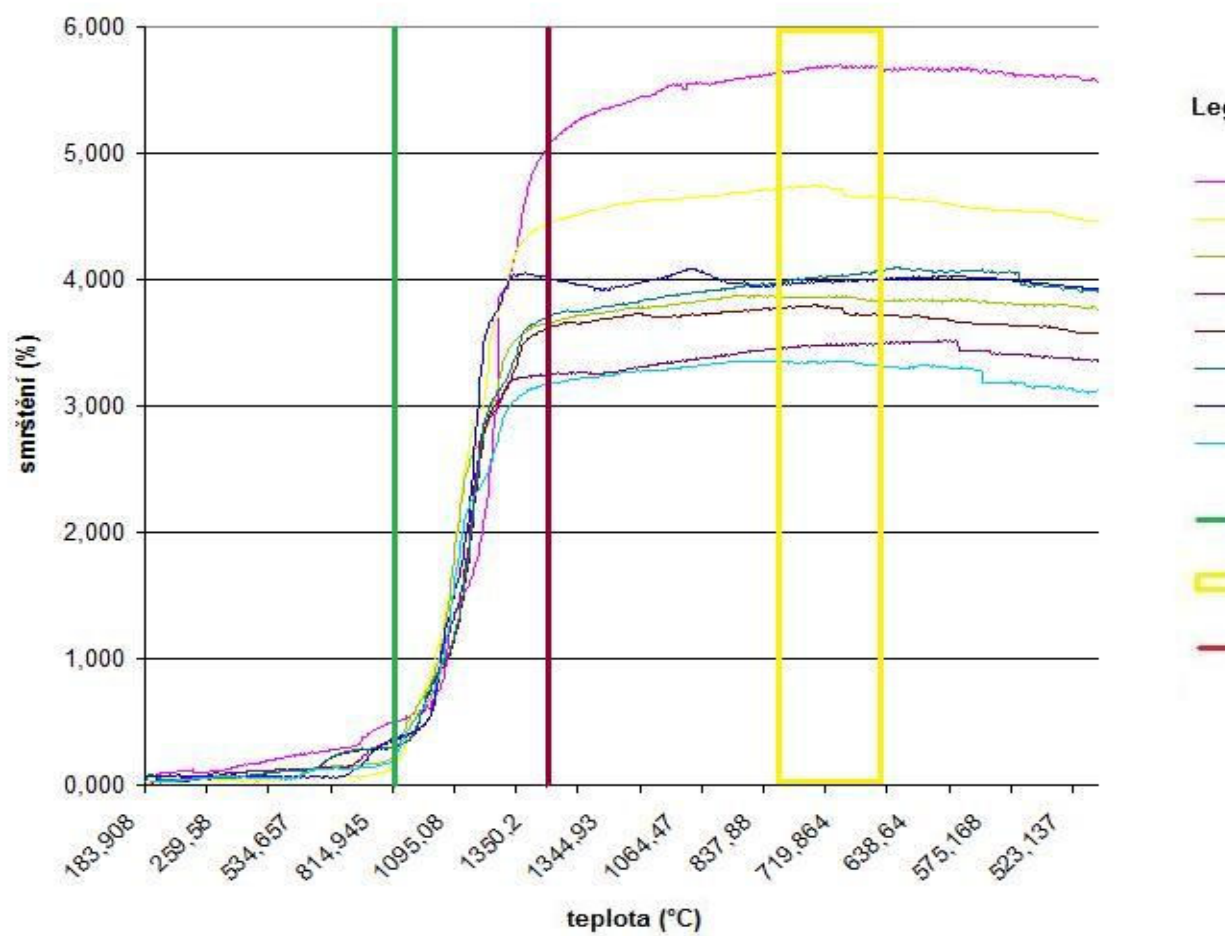
Směs 2 + Směs 4 (C 520)

Dilatometrie směsí 2



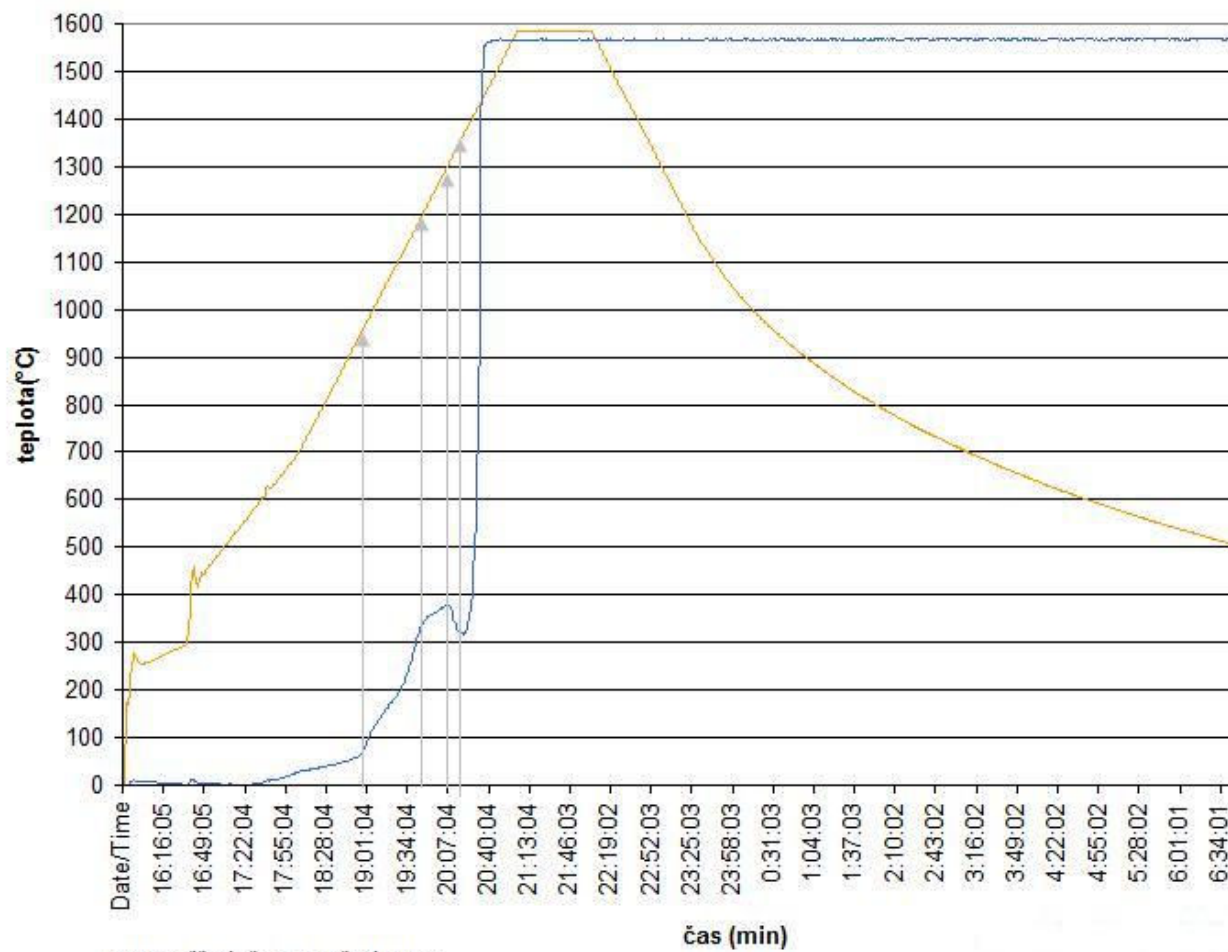
Směs 3 + Směs 4 (C 520)

Dilatometrie směsi 3



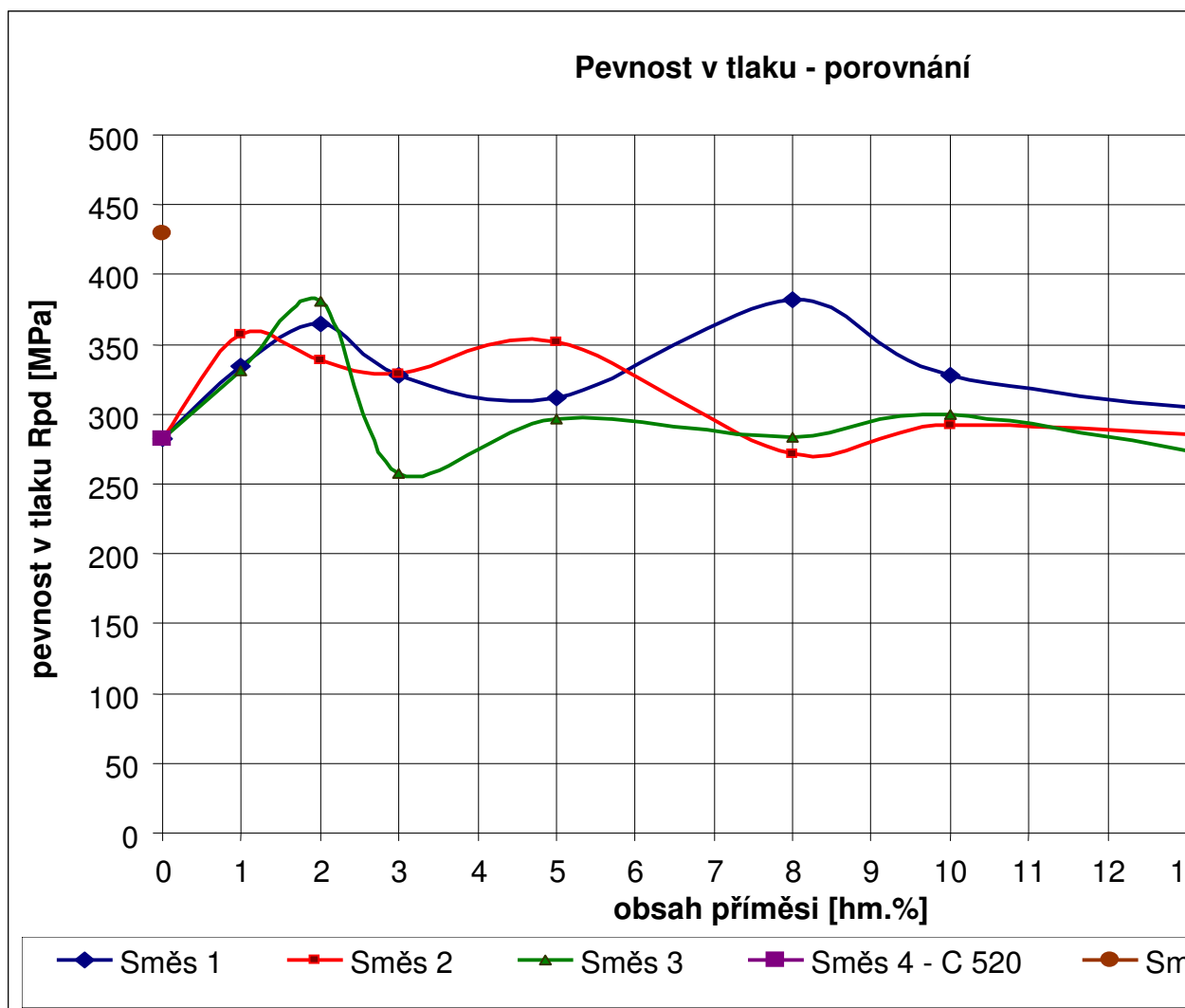
Směs 5

Dilatometrie základní kordieritové hmoty C 520 CB



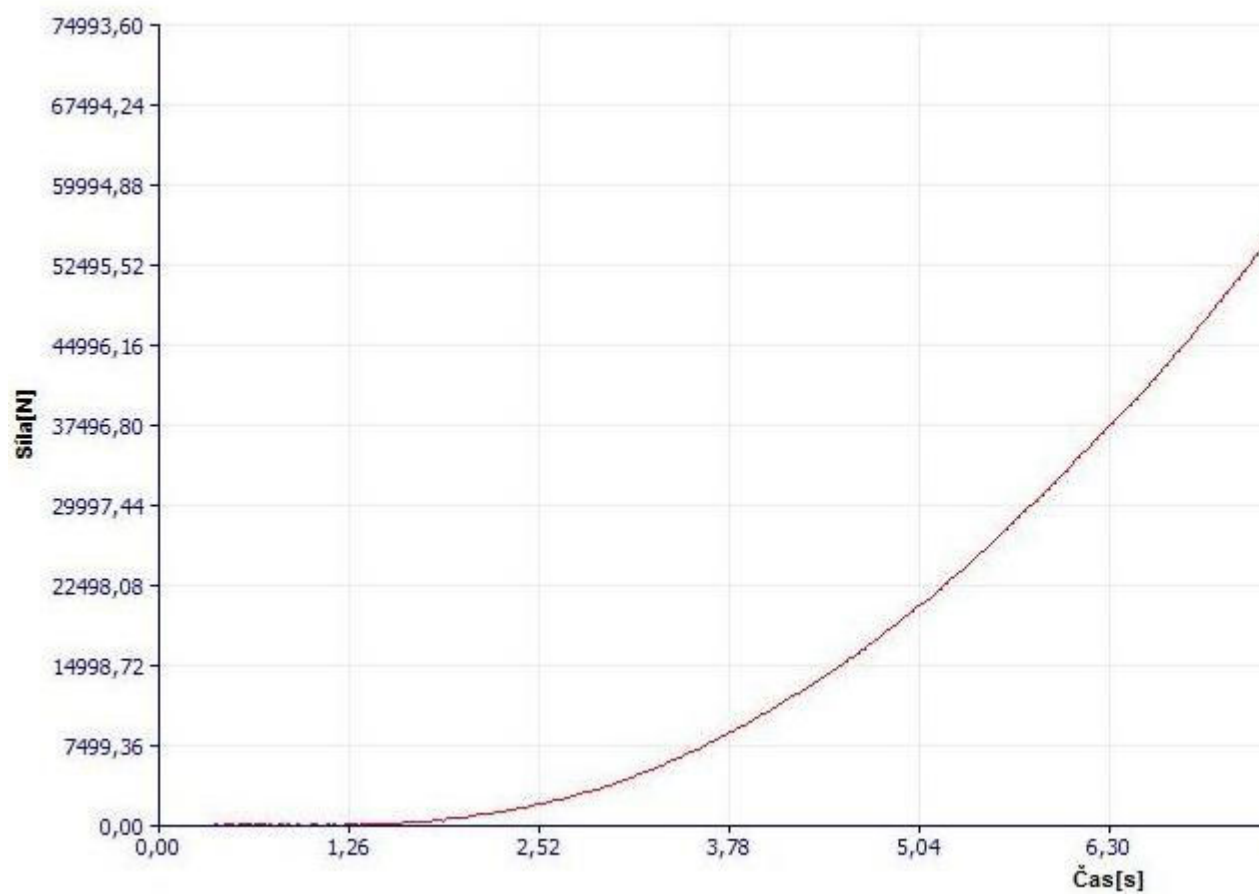
Pozn.: měření až do roztečení vzorku.

Příloha 4 – Porovnání pevností v tlaku

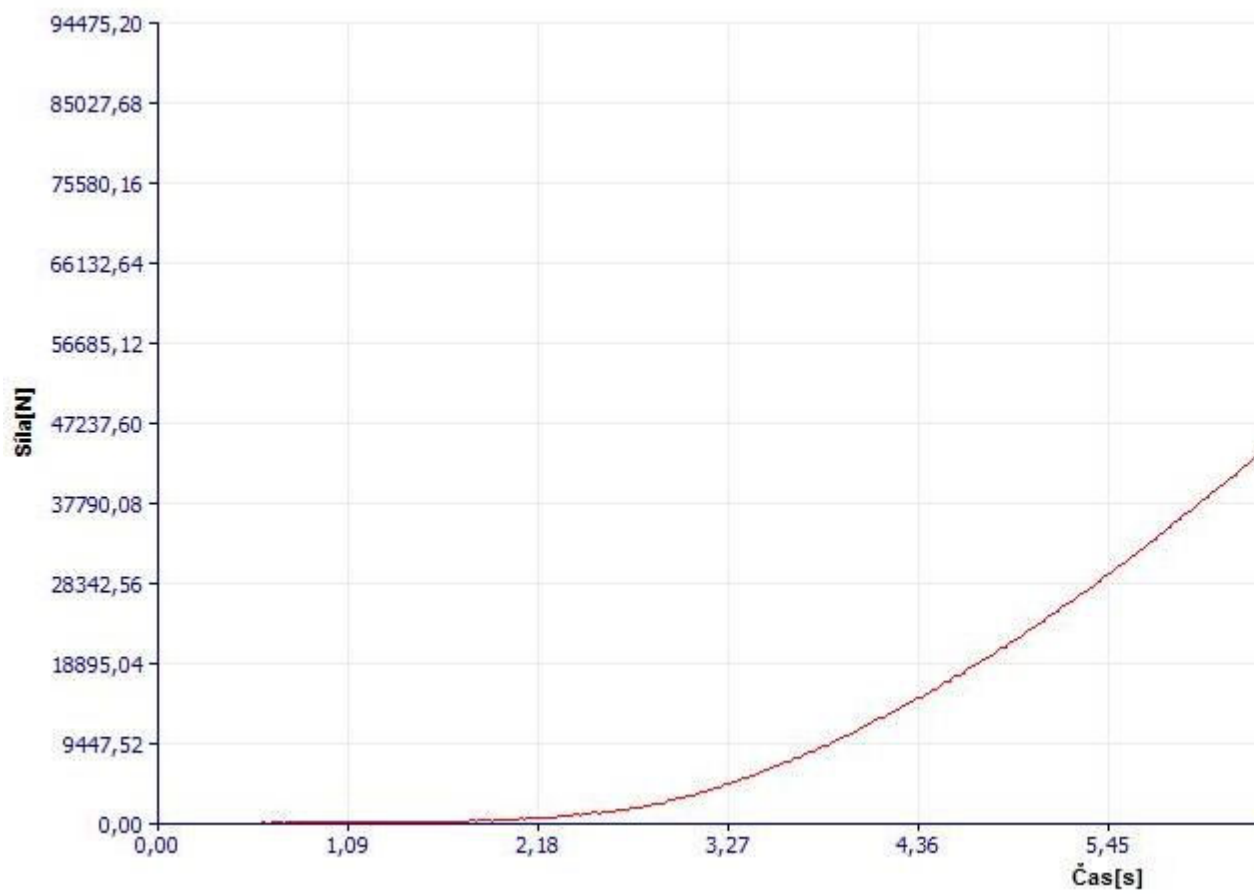


Příloha 5 – Záznamy tlakové zkoušky

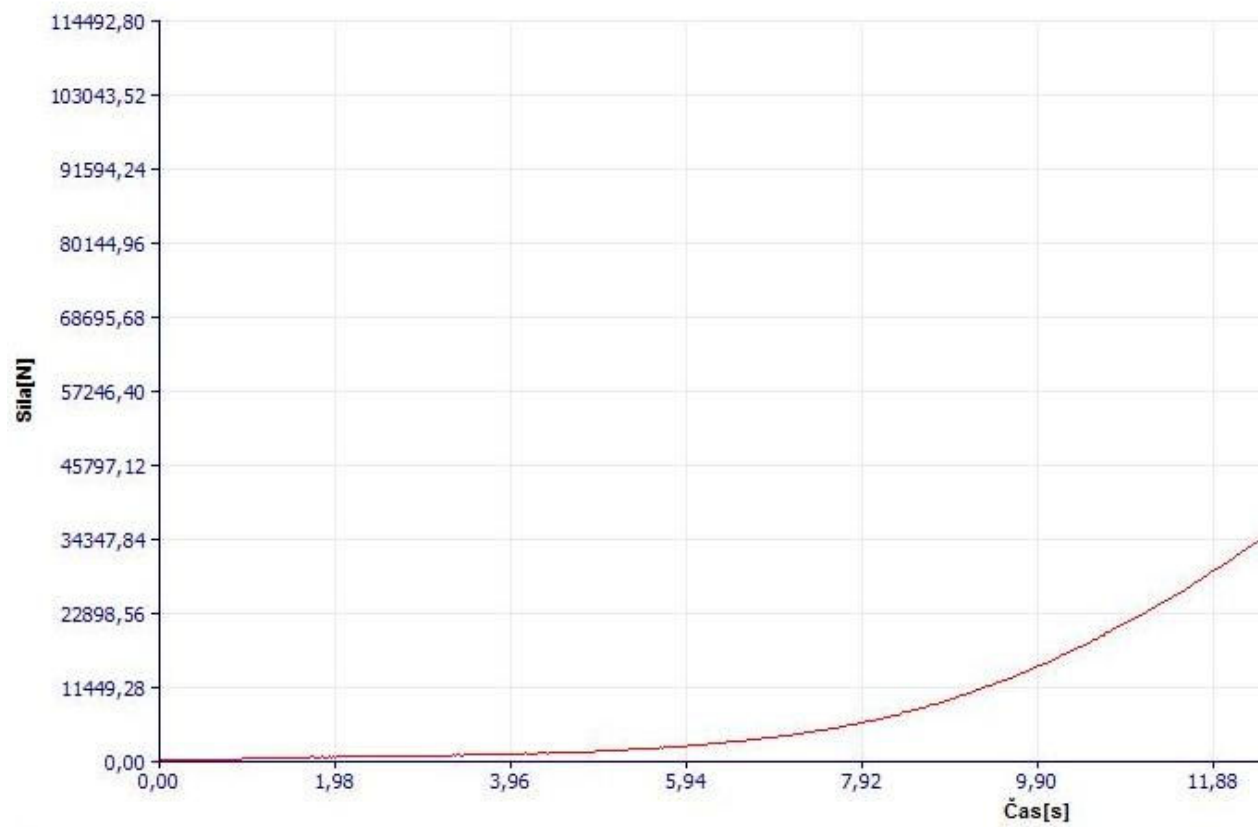
Vzorek 1.1.1



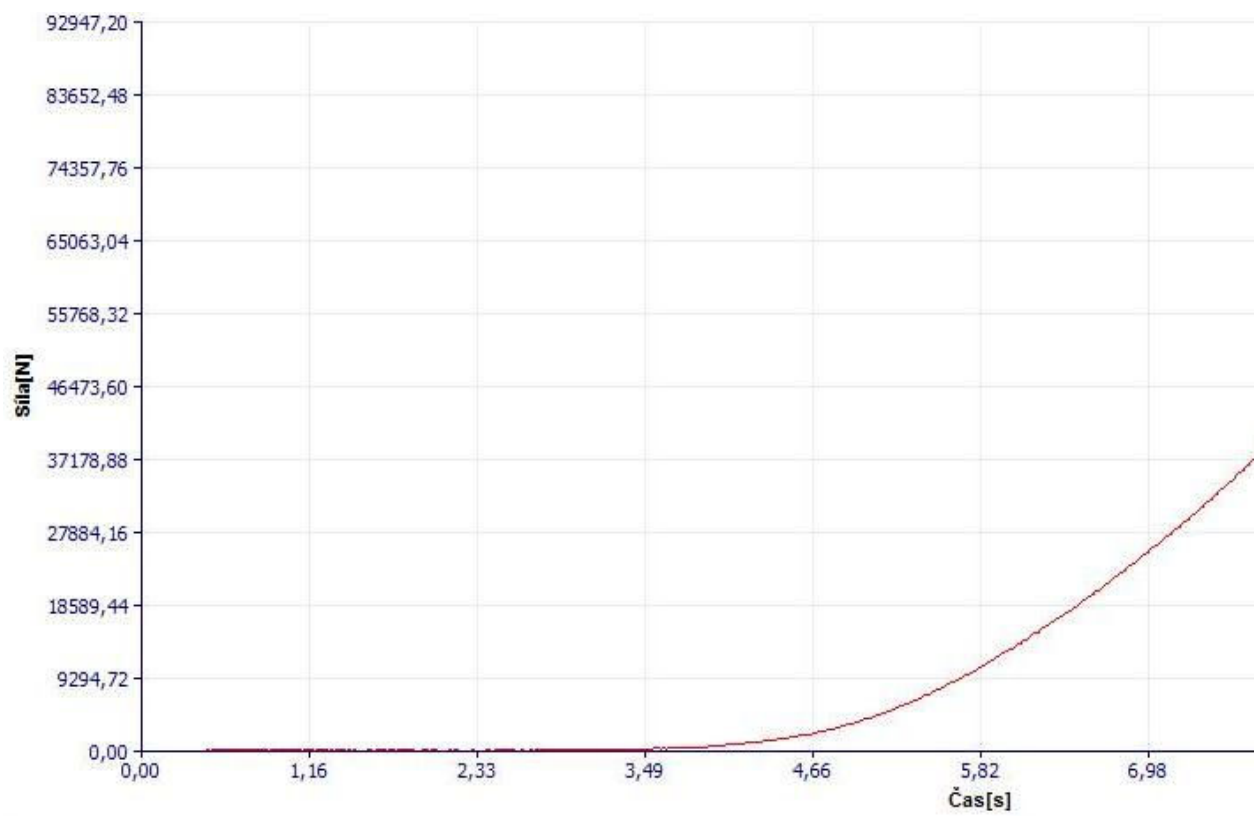
Vzorek 1.3.1



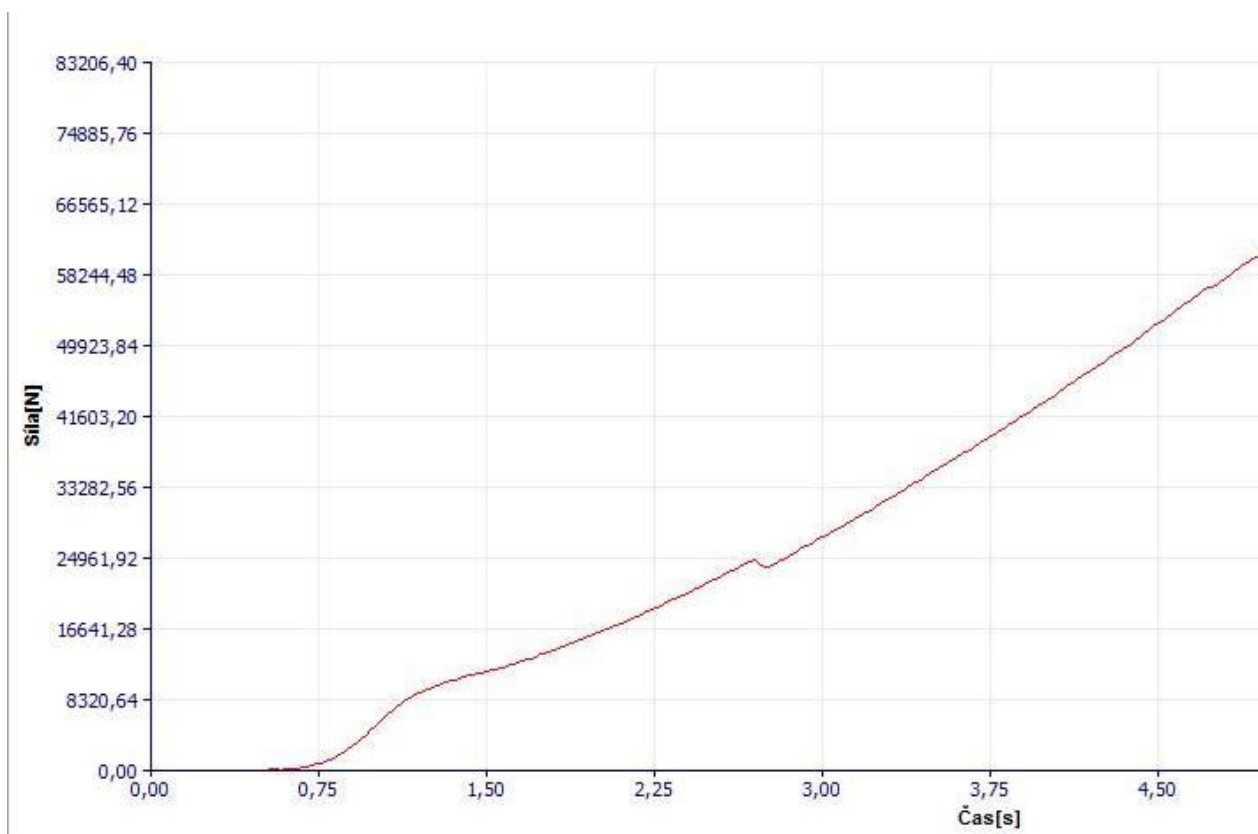
Vzorek 1.8.1



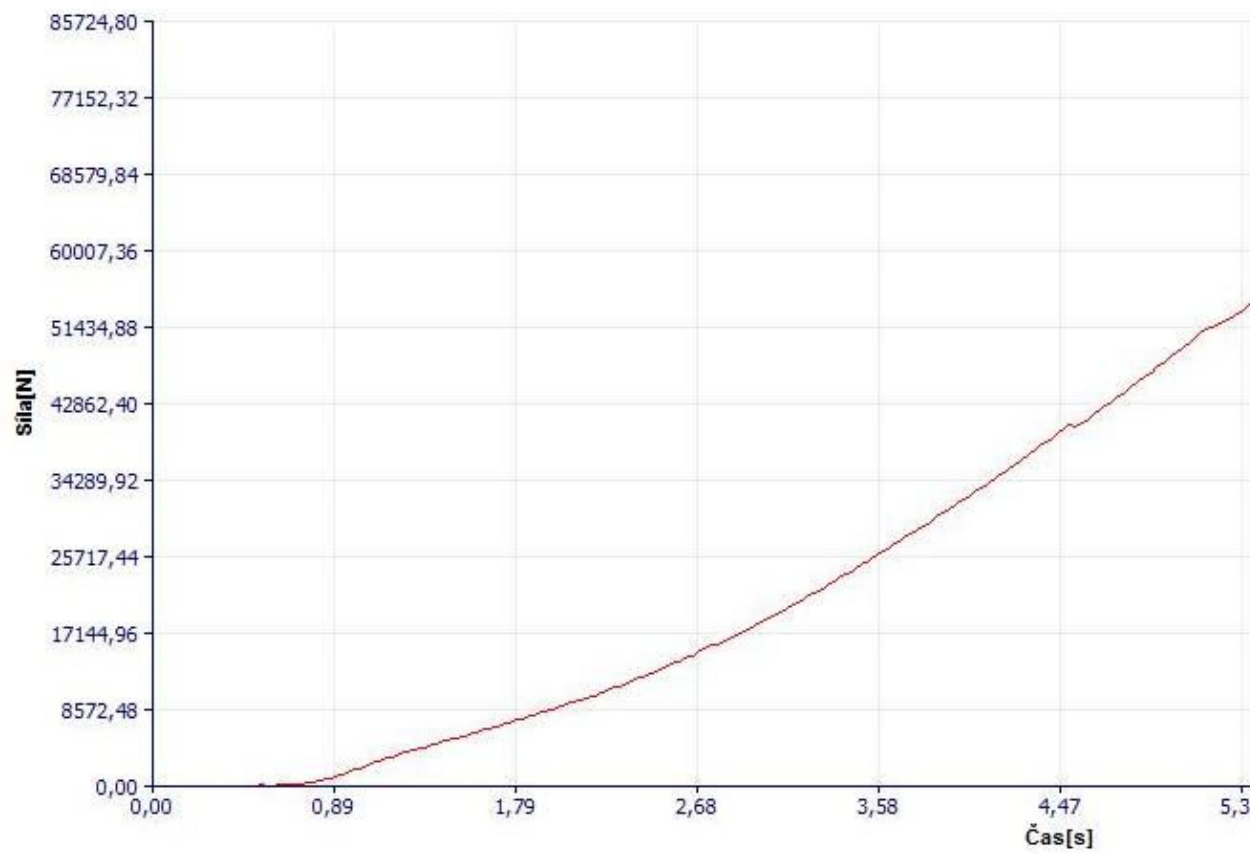
Vzorek 1.15.1



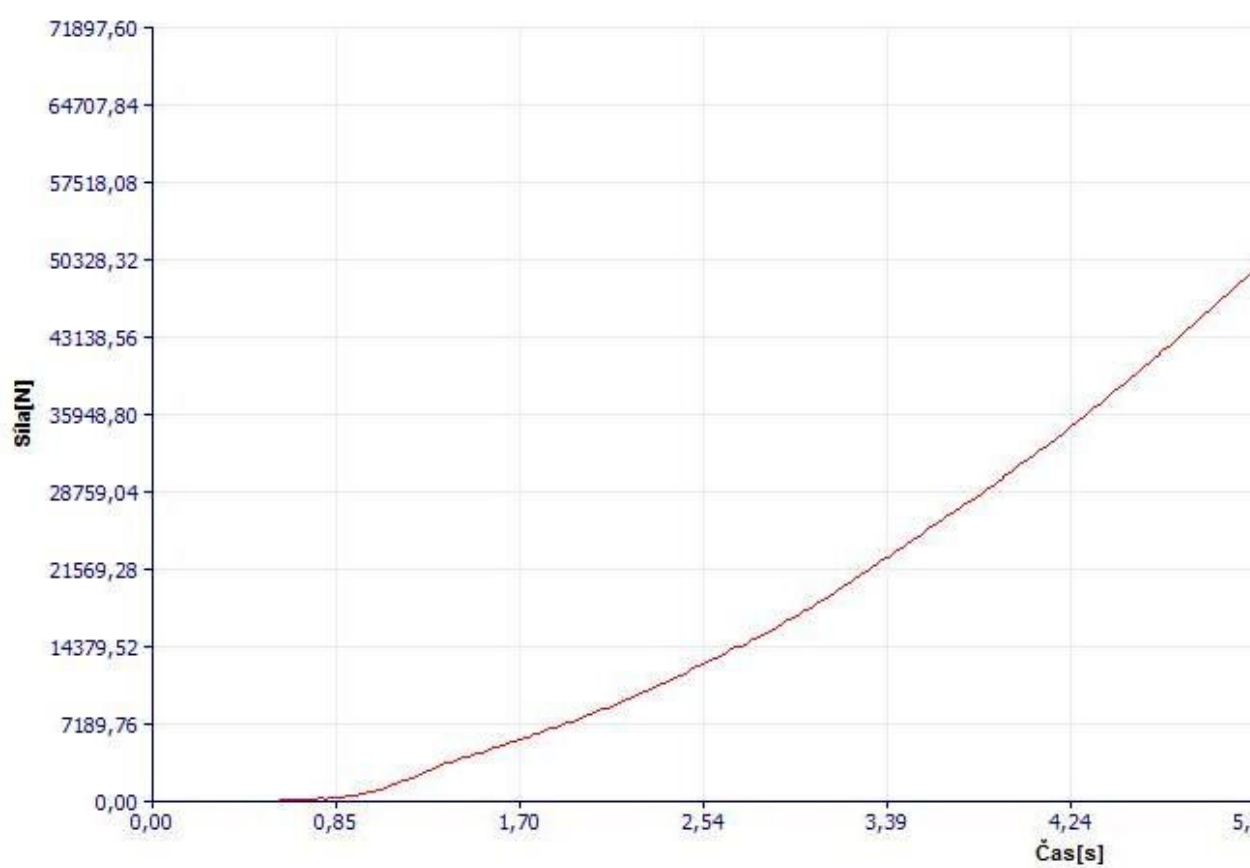
Vzorek 2.3.2



Vzorek 3.3.1



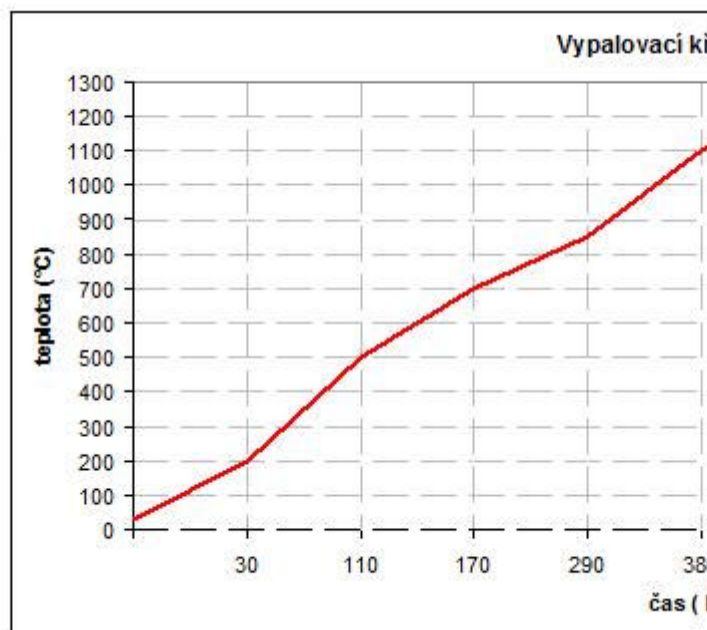
Vzorek 3.8.3



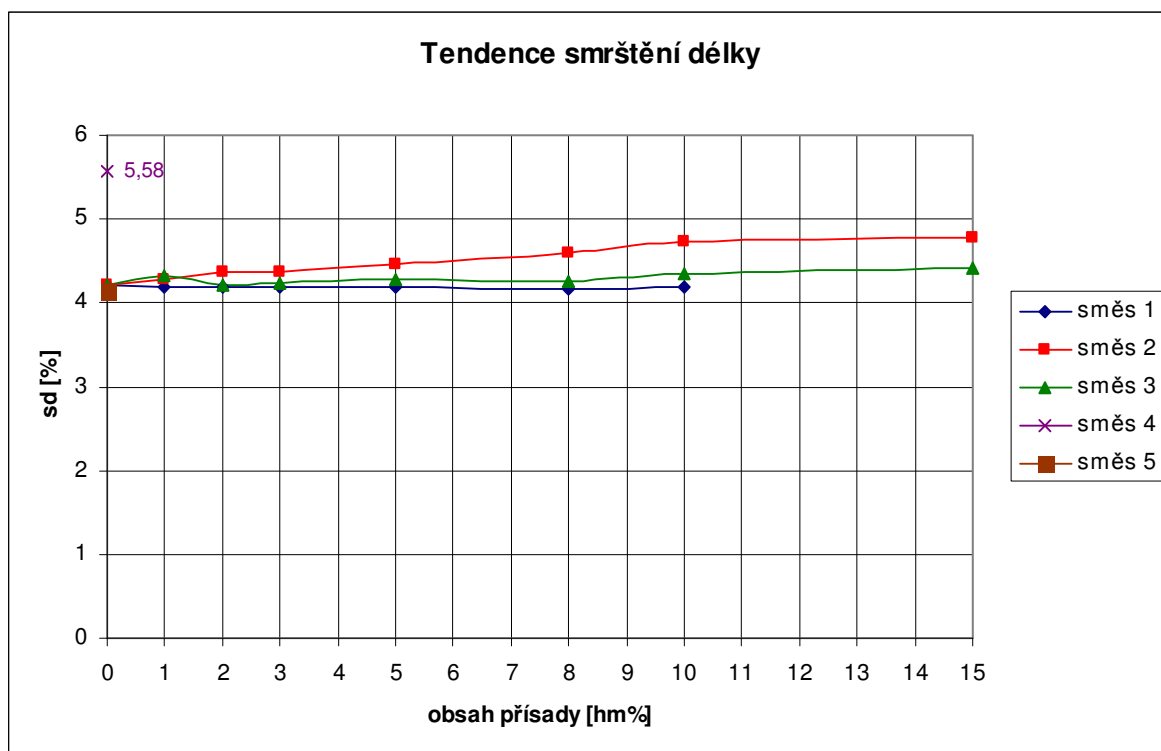
Příloha 6 – Vypalovací křivka pece KO2

Elektrická muflová pec KO2

Čas [min]	čas celk [min]	gradient [°C/min]	Teplota [°C]
0			30
30	30	6,67	200
80	110	6,25	500
60	170	11,67	700
120	290	7,08	850
90	380	12,22	1100
100	480	12,70	1270
60	540	0,00	1270
120	660	7,50	900
120	780	5,83	700
200	980	0,25	50



Příloha 7 – Tendence smrštění



Tendence smrštění výšky

